中华人民共和国
药典
2010年版　第二增补本

国家药典委员会　编

中国医药科技出版社

《中国药典》2010年版第二增补本

电子版说明

为了方便广大制药工作者便于交流使用，蒲公英制药技术论坛 www.ouryao.com 发起倡议制作本版的电子版。旨在内部交流学习。活动刚刚开始即得到制药各界蒲友的支持，纷纷加入本电子版的制作团队中来。让人非常感动，力虽小而众志坚，正因为有了这帮热心的会员，才有了蒲公英不断的发展壮大，也必将成就蒲公英未来的辉煌。这就是蒲公英的精神。蒲公英洒遍人家的爱，在不断的传递。

特别鸣谢参与本次制作的人员 **Mei、kypharma、kenanlaila、红豆杉南国、hnlln820222、巴西木、神威、Anne、jjb2005** 你们辛苦了。以及积极想参与但时间问题而没来的及的蓝天碧海、张熙瑾 773394049、楚楚东人等等热心蒲友。

本电子版仅为内部交流学习使用，请于下载后一天内删除。如果觉得本书对您有所帮助，请购买正版。拒绝用于任何形式的商业用途。

如果本电子版对你造成不利，请及时联系，本人将在第一时间删除。

蒲公英制药技术论坛

制药技术的传播着，GMP 理论的践行者——

蒲公英花语——无法停留的爱！

杭州西子湖畔、广州圣地 1 号、温州鸥江之滨……随着蒲公英制药技术论坛“杭州、广州、温州”三届研讨会的召开，短短两年时间，蒲公英论坛飞速发展，注册会员已达到 12.3 万人，发帖量 80 万贴，蒲公英在制药行业渐渐家喻户晓！

借助风的力量，我们从没有停止远行的翅膀！

蒲公英制药技术论坛 jjb2005

2013 年 10 月 21 日

中华人民共和国药典

2010 年版

第二增补本

国家药典委员会　编

中国医药科技出版社

前　言

根据《药典委员会章程》和国家药品标准发展的要求，为适应药品研发、生产、检验、应用以及监督管理等方面的需要，国家药典委员会及时对国家药品标准进行增修订和订正，出版药典增补本，药典增补本与现行版药典具有同等的法定地位。

自 2010 年 10 月 1 日《中国药典》2010 年版执行以来，按照《中国药典》2015 年版编制大纲所确定的内容，国家药典委员会于 2012 年出版了第一增补本。前一阶段经过广泛征求意见，进一步提出了增修订内容，通过第十届药典委员会相关专业委员会审定并经网上公示，编制了《中国药典》2010 年版第二增补本。

第二增补本共收载新增品种 289 个，修订或订正品种 160 个。其中一部新增 75 个(成方制剂 75 个)，修订或订正 99 个(药材 17 个、成方制剂 82 个)；二部新增 209 个(化学药 203 个、辅料 6 个)，修订或订正 46 个(化学药 41 个、辅料 5 个)；三部新增 5 个(预防类 1 个、治疗类 4 个)，修订或订正 15 个(预防类 12 个、治疗类 3 个)。对《中国药典》2010 年版的附录也进行了增修订，其中一部增订 2 个、修订或订正 10 个；二部增订 2 个、修订或订正 6 个；三部修订或订正通则和附录共 2 个。

第二增补本的修订内容采用全文刊载方式，变动部分辅以“▀▄”标记，并分别以[修订]、[订正]、[增订]和[删除]予以标识，以利于广大药学工作者及时掌握标准修订内容和方便使用。

本增补本经国家食品药品监督管理总局公告 2013 年第 19 号文件批准颁布，自 2013 年 12 月 1 日起开始实施。

第二增补本采用药品名称与原药品名称对照

第二增补本名称	《中国药典》2010 年版名称/原药品名称
二部	
低取代羟丙纤维素	羟丙纤维素

内 容 提 要

第二增补本共收载《中华人民共和国药典》2010年版及第一增补本新增品种289个，修订或订正品种160个。其中一部新增75个（成方制剂75个），修订或订正99个（药材17个、成方制剂82个）；二部新增209个（化学药203个、辅料6个），修订或订正46个（化学药41个、辅料5个）；三部新增5个（预防类1个、治疗类4个），修订或订正15个（预防类12个、治疗类3个）。对《中国药典》2010年版的附录也进行了增修订，其中一部增订2个、修订或订正10个；二部增订2个、修订或订正6个；三部修订或订正通则和附录共2个。

图书在版编目(CIP)数据

中华人民共和国药典：2010年版：第二增补本/国家药典委员会编．—北京：中国医药科技出版社，2013.9

ISBN 978—7—5067—5294—7

Ⅰ.①中…　Ⅱ.①国…　Ⅲ.①药典—中国—2010　Ⅳ.①R921.2

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第169717号

ISBN 978-7-5067-5294-7

9 787506 752947 >

责任编辑　崔丽萍　赵燕宜　何红梅

美术编辑　陈君杞

版式设计　郭小平

出版　中国医药科技出版社

地址　北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编　100082

电话　发行：010－62227427　邮购：010－62236938

网址　www.cmstp.com

规格　A4

印张　30¼

字数　1148千字

版次　2013年9月第1版

印次　2013年9月第1次印刷

印刷　河北新华第一印刷有限责任公司

经销　全国各地新华书店

书号　ISBN 978－7－5067－5294－7

定价　458.00元

目　录

一　部

二　部

修订品种

三　部

索　引

一　部

新增品种

十一味参芪胶囊

Shiyiwei Shenqi Jiaonang

【处方】人参(去芦)36g　黄芪 107g
当归 142g　天麻 71g
熟地黄 142g　泽泻 106g
决明子 142g　鹿角 35g
菟丝子 106g　细辛 4g
枸杞子 106g

【制法】以上十一味,人参、细辛、当归和黄芪 27g 分别粉碎成细粉;鹿角锯成小块,经高压煎煮 20 小时,砸碎鹿角与煎煮液、剩余黄芪和其余天麻等七味加水煎煮二次,第一次 1.5 小时,第二次 1 小时,合并煎液,滤过,减压浓缩至相对密度 1.20～1.25(60℃),喷雾干燥,粉碎成细粉,加入人参等四味的细粉,混匀,装入胶囊,制成 1000 粒,即得。

【性状】本品为硬胶囊,内容物为灰棕色至棕褐色的粉末;气芳香,味微苦。

【鉴别】(1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙簇晶棱角尖锐(人参)。纤维成束或散离,壁厚,表面有纵裂纹,两端断裂成帚状或较平截(黄芪)。薄壁细胞纺锤形,壁略厚,表面有极微细的斜向交错纹理(当归)。

(2)取本品内容物 4g,用水 3ml 湿润,加水饱和的正丁醇 20ml,超声处理 30 分钟,取上清液,加氨试液 60ml,摇匀,放置使分层,取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇 0.5ml 使溶解,作为供试品溶液。另取人参对照药材 1g,加水 1ml,同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rg_1 对照品和人参皂苷 Rb_1 对照品,加甲醇制成每 1ml 各含 2mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10% 硫酸乙醇溶液,在 105℃ 加热至斑点清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品内容物 4g,加乙醇 40ml,加热回流 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣用 0.3% 氢氧化钠溶液 20ml 溶解,滤过,滤液用稀盐酸调节 pH 值至 5～6,用乙酸乙酯 25ml 振摇提取,分取乙酸乙酯液,用铺有适量无水硫酸钠的滤纸滤过,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪对照药材 2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(10:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏后,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品内容物 3g,加乙酸乙酯 40ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣乙酸乙酯 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取当归对照药材 1g,加乙酸乙酯 15ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(5)取本品内容物 3g,加水 30ml,加热煮沸 30 分钟,放冷,离心,取上清液,用乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 20ml,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取熟地黄对照药材 1g,加水 20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯肼试液,在 105℃ 加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(6)取本品内容物 5g,加甲醇 30ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣用水 10ml 溶解,再加盐酸 1ml,加热回流 30 分钟,立即冷却,用乙醚振摇提取 2 次,每次 20ml,合并乙醚提取液,蒸干,残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取决明子对照药材 1g,加甲醇 10ml,同法制成对照药材溶液。再取大黄酚对照品、橙黄决明素对照品,加无水乙醇-乙酸乙酯(1:1)制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各 3μl,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以石油醚(30～60℃)-丙酮(2:1)为展开剂,预平衡 30 分钟,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】人参　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%磷酸溶液(20:80)为流动相;检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 Rg_1 峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备　取人参皂苷 Rg_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 Rg_1 0.06mg、人参皂苷 Re 0.2mg 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品 25 粒的内容物,精密称定,混匀,取约 3g,精密称定,置索氏提取器中,加乙酸乙酯,加热

回流3小时，取药渣，挥尽溶剂，用甲醇加热回流提取至回流液无色，提取液蒸干，残渣用水30ml溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取4次（30ml，30ml，20ml，20ml），合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的氨试液洗涤2次（30ml，20ml），再用正丁醇饱和的水50ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含人参以人参皂苷Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）和人参皂苷Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）的总量计，不得少于0.10mg。

天麻　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液（2：98）为流动相；检测波长为220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备　取天麻素对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品25粒的内容物，精密称定，混匀，取约3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇50ml，称定重量，加热回流2小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液5ml，浓缩至近干，用流动相溶解并转移至10ml量瓶中，加流动相至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含天麻以天麻素（$C_{13}H_{18}O_7$）计，不得少于0.11mg。

【功能主治】　补脾益气，用于脾气虚所致的体弱、四肢无力。

【用法用量】　口服。一次5粒，一日3次。

【规格】　每粒装0.33g

【贮藏】　密封。

川芎茶调片

Chuanxiong Chatiao Pian

【处方】

川芎 240g	白芷 120g
羌活 120g	细辛 60g
防风 90g	荆芥 240g
薄荷 480g	甘草 120g

【制法】　以上八味，白芷和甘草粉碎成细粉，过筛，取180g细粉，备用；剩余粉末另存。其余川芎等六味蒸馏提取挥发油，收集挥发油；蒸馏后的水溶液另器收集；药渣与白芷和甘草剩余的粉末加水煎煮二次，每次1小时，煎液滤过，滤液合并，加入上述水溶液，浓缩成稠膏，加入备用的白芷和甘草细粉，混匀，干燥，粉碎成细粉，过筛，制颗粒，干燥，加入上述挥发油，混匀，压制成1000片，即得。

【性状】　本品为棕褐色的片；气香，味辛、微苦。

【鉴别】　（1）取本品，置显微镜下观察：淀粉粒复粒由8～12分粒组成（白芷）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。

（2）取本品20片，研细，置具塞锥形瓶中，加石油醚（60～90℃）20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取川芎对照药材0.3g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品10片，研细，加水25ml，超声处理10分钟，离心，取上清液，用稀盐酸调节pH值至2～3，用二氯甲烷振摇提取2次，每次20ml，合并二氯甲烷提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白芷对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30～60℃）-乙醚（12：7）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

（4）取本品10片，研细，加乙醚40ml，低温加热回流30分钟，放冷，滤过，弃去滤液，滤渣挥尽乙醚，加甲醇30ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水40ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水50ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（15：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。在日光下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱相应位置上，显相同颜色的主斑点。

（5）取〔鉴别〕（4）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取羌活对照药材0.1g，加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为羌活对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-甲醇（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】　应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定（避光操作）。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-1%醋酸溶液（11：89）为流动相；检测波长

为 320nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备　取阿魏酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1ml 含 10μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品，研细，取约 1g，精密称定，精密加入 70%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 53kHz）10 分钟，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含川芎和羌活以阿魏酸（$C_{10}H_{10}O_4$）计，不得少于 62.0μg。

【功能与主治】　疏风止痛。用于外感风邪所致的头痛，或有恶寒、发热、鼻塞。

【用法与用量】　饭后清茶送服。一次 4～6 片，一日 3 次。

【注意】　孕妇慎服。

【规格】　每片重 0.48g

【贮藏】　密封。

川芎茶调颗粒

Chuanxiong Chatiao Keli

【处方】　川芎 153.8g　　白芷 76.9g

羌活 76.9g　　细辛 38.5g

防风 57.7g　　荆芥 153.8g

薄荷 307.7g　　甘草 76.9g

【制法】　以上八味，薄荷、荆芥蒸馏提取挥发油，挥发油备用；蒸馏后的水溶液滤过，滤液备用；其余川芎等六味加水煎煮二次，第一次 1.5 小时，第二次 1 小时，煎液滤过，滤液合并；与上述水溶液合并，浓缩至适量，浓缩液喷雾干燥，制成浸膏粉，加入蔗糖、糊精适量，混匀，制颗粒，干燥，喷入薄荷和荆芥的挥发油，混匀，制成 1000g〔规格（1）〕；或浓缩液喷雾干燥，与适量乳糖、糊精制成颗粒，干燥，喷入薄荷和荆芥的挥发油，混匀，制成 513g〔规格（2）〕。

【性状】　规格（1）：本品为棕色的颗粒，气香，味甜、微苦；规格（2）：本品为棕色至棕褐色的颗粒，气香，微苦。

【鉴别】　（1）取本品 7.8g〔规格（1）〕或 4g〔规格（2）〕，研细，置具塞锥形瓶中，加乙醚 20ml，密塞，振摇，冰浴中超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥散至约 1ml，作为供试品溶液。另取薄荷脑对照品适量，加乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯（17：3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品 15.6g〔规格（1）〕或 8g〔规格（2）〕，研细，加水 100ml 使溶解，离心，取上清液，用乙醚振摇提取 2 次，每次 30ml，合并乙醚提取液，浓缩至约 1ml，作为供试品溶液。另取川芎对照药材 0.3g，加乙醚 20ml，密塞，超声处理 20 分钟，滤过，滤液挥散至约 1ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显一个相同颜色的荧光主斑点。

（3）取〔鉴别〕（2）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取羌活对照药材 0.5g，加水 50ml，煎煮 20 分钟，放冷，离心，取上清液，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚提取液，挥散至约 1ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种对照药材溶液各 15μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 85℃加热约 5 分钟，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

（4）取本品 15.6g〔规格（1）〕或 8g〔规格（2）〕，研细，加甲醇 10ml 使润湿，加丙酮 50ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，加在中性氧化铝柱（100～200 目，2g，内径 1cm）上，以 80%甲醇 5ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取防风对照药材 1g，加丙酮 10ml，同法制成对照药材溶液。再取升麻素苷对照品和 5-*O*-甲基维斯阿米醇苷对照品适量，分别加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 20μl、对照药材溶液和对照品溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上，以二氯甲烷-甲醇（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品 15.6g〔规格（1）〕或 8g〔规格（2）〕，研细，加乙醚 40ml，低温加热回流 30 分钟，放冷，滤过，弃去滤液，滤渣挥尽乙醚，加甲醇 30ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 40ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水 50ml 洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1g，加乙醚 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（15：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的黄色主斑点。

（6）取本品 7.8g〔规格（1）〕或 4g〔规格（2）〕，加水 50ml，超声处理 10 分钟，离心，取上清液，用稀盐酸调节 pH 值至

2～3，用二氯甲烷振摇提取2次，每次20ml，合并二氯甲烷提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白芷对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30～60℃）-乙醚（12∶7）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 **川芎　羌活**　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定（避光操作）。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-2%醋酸溶液（10∶90）为流动相；检测波长为323nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于8000。

对照品溶液的制备　取阿魏酸对照品适量，精密称定，加45%乙醇-冰醋酸（20∶1）的混合溶液制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取3g〔规格（1）〕或1.5g〔规格（2）〕，精密称定，精密加入45%乙醇-冰醋酸（20∶1）的混合溶液25ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用上述混合溶液补足减失的重量，摇匀，离心（转速为每分钟4000转）10分钟，取上清液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含川芎和羌活以阿魏酸（$C_{10}H_{10}O_4$）计，不得少于0.39mg。

甘草　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.5%磷酸溶液（含1mmol/L醋酸铵）（33∶67）为流动相；检测波长为254nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取甘草酸铵对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含50μg的溶液（相当于每1ml含甘草酸48.99μg），即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取1g〔规格（1）〕或0.5g〔规格（2）〕，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇溶液20ml，称定重量，超声处理（功率500W，频率53kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含甘草以甘草酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）计，不得少于4.0mg。

【功能与主治】 疏风止痛。用于外感风邪所致的头痛，或有恶寒、发热、鼻塞。

【用法与用量】 饭后用温开水或浓茶冲服，一次1袋，一日2次；儿童酌减。

【注意】 孕妇慎服。

【规格】 （1）每袋装7.8g　（2）每袋装4g（无蔗糖）

【贮藏】 密封。

小儿化食口服液

Xiao'er Huashi Koufuye

【处方】

六神曲（炒焦）10g	焦山楂 10g
焦麦芽 10g	焦槟榔 10g
醋莪术 5g	三棱（麸炒）5g
大黄 10g	炒牵牛子 20g

【制法】 以上八味，加水煎煮三次，第一次2小时，第二、三次各1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.01～1.05（60℃），放冷，加水至约700ml，静置24小时，离心，加炼蜜300g及苯甲酸钠0.8g，搅匀，静置24小时，滤过，加水制成1000ml，灌封，灭菌，即得。

【性状】 本品为棕色的液体；气微，味甜。

【鉴别】 （1）取本品50ml，加浓氨试液调节pH值至8～9，加三氯甲烷振摇提取2次，每次40ml，合并三氯甲烷液，蒸至近干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取槟榔对照药材1g，加浓氨试液适量使湿润，加三氯甲烷30ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸至近干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-浓氨试液（15∶15∶0.2）为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取〔含量测定〕项下的供试品溶液10ml，蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.5g，加水50ml，煎煮1小时，放冷，滤过，滤液浓缩至约20ml，加盐酸1ml，置水浴中加热回流1小时，冷却，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶H薄层板上，以石油醚（30～60℃）-甲酸乙酯-甲酸（15∶5∶1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的五个橙黄色荧光主斑点。

（3）取本品25ml，加盐酸调节pH值至1～2，加乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取牵牛子对照药材0.5g，加水煎煮1小时，放冷，滤过，滤液加盐酸调节pH值至1～2，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试

验,吸取上述两种溶液各 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙醚-三氯甲烷-甲酸(10∶50∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **相对密度** 应为 1.08～1.14(附录Ⅶ A)。

pH 值 应为 3.5～5.5(附录Ⅶ G)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.1%磷酸(70∶30)为流动相;检测波长为 254nm。理论板数按芦荟大黄素峰计算应不低于 9000。

对照品溶液的制备 取芦荟大黄素对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含芦荟大黄素 10μg、大黄酸 25μg、大黄素 10μg、大黄酚 12μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 20ml,置圆底烧瓶中,加盐酸 1ml,置水浴中加热回流 1 小时,立即冷却,转移至分液漏斗中,用水 10ml 分次洗涤容器,洗液并入分液漏斗中,用乙酸乙酯振摇提取 5 次(30ml,20ml,20ml,20ml,20ml),每次乙酸乙酯提取液分别用水 15ml 洗涤,弃去水洗液,合并乙酸乙酯液,减压浓缩至干,残渣加甲醇适量使溶解,转移至 10ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每支含大黄以芦荟大黄素($C_{15}H_{10}O_5$)、大黄酸($C_{15}H_8O_6$)、大黄素($C_{15}H_{10}O_5$)和大黄酚($C_{15}H_{10}O_4$)的总量计,不得少于 0.15mg。

【功能与主治】 消食化滞,泻火通便。用于食滞化热所致的积滞,症见厌食、烦躁、恶心呕吐、口渴、脘腹胀满、大便干燥。

【用法与用量】 口服。3 岁以上每次 10ml,一日 2 次。

【注意事项】 忌食辛辣油腻。

【规格】 每支装 10ml

【贮藏】 密封,置阴凉处。

小儿解感片

Xiao'er Jiegan Pian

【处方】 大青叶 830g　柴胡 415g
黄芩 415g　荆芥 415g
桔梗 250g　甘草 165g

【制法】 以上六味,取桔梗 125g 粉碎成细粉;柴胡蒸馏提取挥发油,蒸馏后的挥发油与水溶液另器收集;药渣与大青叶、黄芩、荆芥、甘草及剩余桔梗,加水煎煮二次,第一次 3 小时,第二次 2 小时,合并煎液及蒸馏后的水溶液,滤过,滤液浓缩至相对密度为 1.20～1.25(70℃)的清膏,加乙醇使含醇量为 70%,充分搅拌,静置 24 小时,取上清液回收乙醇,并浓缩至相对密度为 1.30～1.35(80℃)的稠膏,加入桔梗细粉,混匀,制粒,干燥,过筛,加入挥发油及硬脂酸镁适量,混匀,压制成 1000 片,包糖衣,即得。

【性状】 本品为糖衣片,除去糖衣后呈棕褐色;味苦。

【鉴别】 (1)取本品 30 片,除去糖衣,研细,加水 100ml,加热使保持微沸 30 分钟,放冷,离心,上清液用乙醚振摇提取 2 次,每次 20ml,合并乙醚液,挥干,残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取大青叶对照药材 1g,加三氯甲烷 20ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液浓缩至 1ml,作为对照药材溶液。再取靛玉红对照品,加三氯甲烷制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-三氯甲烷-丙酮(5∶4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取本品 10 片,除去糖衣,研细,加 70%乙醇 30ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液蒸至无醇味,加水 20ml 使溶解,滤过,取续滤液 5ml,置离心管中,滴加盐酸 1 滴,摇匀,离心 2 分钟(转速为每分钟 3000 转),弃去上清液,沉淀加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取黄芩对照药材 1g,加甲醇 20ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液浓缩至 2ml,作为对照药材溶液。再取黄芩苷对照品,加甲醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-丙酮-二甲基甲酰胺-冰醋酸-水-(250∶100∶11∶15∶50)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 1%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品 7 片,除去糖衣,研细,加三氯甲烷-水-盐酸(10∶10∶3)的混合溶液 46ml,加热回流 3 小时,放冷,分取三氯甲烷液,蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取桔梗对照药材 2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙醚(1∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取本品 17 片,除去糖衣,研细,加甲醇 30ml,加热回流 30 分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水 30ml,温热使溶解,滤过,滤液用乙醚振摇提取 2 次,每次 30ml,弃去醚液,水液用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次,每次 20ml,合并正丁醇液,用水洗涤 2 次,每次 30ml,取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇 5ml 使溶解,加于已处理好的中性氧化铝柱(100～200 目,15g,内径为 10～15mm)上,用 40%甲醇 150ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取

甘草对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述供试品溶液15μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15：1：1：2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 **黄芩** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸(43：57：0.2)为流动相；检测波长为278nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于3500。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇50ml，称定重量，加热回流40分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，不得少于3.2mg。

甘草 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.2mol/L乙酸胺溶液(用冰醋酸调节pH值至4.2)(58：42)为流动相；检测波长为250nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取甘草酸铵对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得(每1ml含甘草酸铵对照品0.1mg，折合甘草酸为0.09795mg)。

供试品溶液的制备　取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约2g，精密称定，加入70%乙醇50ml，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，转移至离心管中，离心5分钟(转速为每分钟500转)，精密吸取上清液25ml，蒸至无醇味，加水25ml，转移至分液漏斗中，加盐酸0.5ml，摇匀，放置30分钟，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣用70%乙醇溶解，转移至25ml量瓶中，加70%乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含甘草以甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)计，不得少于0.26mg。

【功能与主治】 清热解表，利咽止咳。用于感冒发烧，头痛鼻塞，咳嗽喷嚏，咽喉肿痛。

【用法与用量】 口服。1至3岁小儿，一次1片，4至6岁，一次2片，9至14岁，一次3片，一日3次或遵医嘱。

【规格】 片芯重0.3g

【贮藏】 密封，防潮。

小　金　片

Xiaojin Pian

【处方】

人工麝香15g	木鳖子(去壳去油)75g
制草乌75g	枫香脂75g
醋乳香37.5g	醋没药37.5g
五灵脂(醋炒)75g	酒当归37.5g
地龙75g	香墨6g

【制法】 以上十味，除人工麝香、木鳖子和五灵脂外，其余制草乌等七味粉碎成细粉。木鳖子粉碎成粗粉，用70%乙醇作溶剂，浸渍48小时后缓缓渗漉，漉液回收乙醇，浓缩成相对密度为1.06～1.10(50℃)的清膏。五灵脂加水煎煮三次，每次1小时，滤过，合并滤液，浓缩成相对密度为1.06～1.10(50℃)的清膏。合并上述两种清膏，浓缩成相对密度为1.20～1.25(50℃)的清膏，与上述细粉混匀，低温干燥，粉碎，过筛，用淀粉适量制糊，制成颗粒，干燥，加入研细的人工麝香，混匀，再分别加入硬脂酸镁和滑石粉适量，混匀，压制成1000片，即得。

【性状】 本品为灰棕色至灰黑色的片；气香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：石细胞长方形或类方形，壁稍厚(制草乌)。肌纤维无色或淡棕色，微波状弯曲，有时呈垂直交错排列(地龙)；薄壁细胞纺锤形，壁略厚，有极细的斜向交错纹理(当归)。

(2)取本品14片，研细，加乙醚30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10～20μl，对照药材溶液3～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(19：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品14片，研细，照挥发油测定法(附录Ⅹ D甲法)提取挥发油，加环已烷2ml，作为供试品溶液。另取α-蒎烯对照品和乙酸辛酯对照品，分别加环已烷制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照气相色谱法(附录Ⅵ E)试验，聚乙二醇20000(PEG-20M)毛细管柱(柱长为30m，内径为0.32mm，膜厚度0.5μm)，柱温为程序升温：初始温度50℃，保持3分钟，以每分钟25℃的速度升温至200℃，保持1分钟，再以每分钟20℃的速率升温至230℃，保持2分钟；进样口温度为230℃，检测器温度为260℃；分流进样，分流比为20：1。分别吸取供试品溶液5μl、对照品溶液各1μl，注入气相色谱仪。供试品溶液色谱中应呈现与对照品溶液α-蒎烯或

乙酸辛酯色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 **双酯型生物碱限量** 取本品适量，研细，称取4.0g，置锥形瓶中，加氨试液4ml，拌匀，放置30分钟，加无水乙醚60ml，超声处理（功率250W，频率33kHz，温度不超过25℃）40分钟，滤过，滤液加盐酸溶液（4→100）振摇提取3次（20ml，15ml，15ml），合并盐酸液，盐酸液用浓氨试液调节pH值至9～10，加入无水乙醚振摇提取3次，每次20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加无水乙醇1.0ml使溶解，作为供试品溶液。另取乌头碱对照品、次乌头碱对照品、新乌头碱对照品，分别加无水乙醇制成每1ml含1.0mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液15μl、对照品溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-二乙胺（7：2：0.5）为展开剂，预饱和15分钟后展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，出现的斑点应小于对照品的斑点或不出现斑点。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 照气相色谱法（附录Ⅵ E）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以（50%-苯基）-甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱（柱长为30m，内径为0.32mm，膜厚度0.50μm）；柱温为程序升温；初始温度100℃，以每分钟10℃的速率升温至200℃，保持20分钟。理论板数按麝香酮峰计算应不低于20000。

对照品溶液的制备 取麝香酮对照品适量，精密称定，加无水乙醇制成每1ml含0.4mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，研细，取约0.7g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙酸乙酯5ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率33kHz）30分钟，放置至室温，再称定重量，用乙酸乙酯补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，离心，取上清液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液2μl与供试品溶液3μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

本品每片含人工麝香以麝香酮（$C_{16}H_{30}O$）计，不得少于0.42mg。

【功能与主治】 散结消肿，化瘀止痛。用于阴疽初起，皮色不变，肿硬作痛，多发性脓肿，瘿瘤，瘰疬，乳岩，乳癖。

【用法与用量】 口服。一次2～3片，一日2次，小儿酌减。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 每片重0.36g。

【贮藏】 密封。

小金胶囊

Xiaojin Jiaonang

【处方】 人工麝香10g　　木鳖子（去壳去油）50g
制草乌50g　　枫香脂50g
醋乳香25g　　醋没药25g
五灵脂（醋炙）50g　　酒当归25g
地龙50g　　香墨4g

【制法】 以上十味，除人工麝香外，其余木鳖子等九味粉碎成细粉，过筛，混匀，加淀粉适量，制成颗粒，加入人工麝香混匀，装入胶囊，制成1000粒〔规格（1）〕。或将木鳖子等九味分别初碎，加入微晶纤维素61.3g，混匀后粉碎成细粉，加入研细的人工麝香，配研混匀，装入胶囊，制成1333粒〔规格（2）〕，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为黑褐色的颗粒或黄褐色至棕褐色的粉末；气香，味微苦。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：石细胞长方形或类方形，壁稍厚（制草乌）。子叶薄壁细胞多角形，内含脂肪油块和糊粉粒（木鳖子）。肌纤维无色或淡棕色，微波状弯曲，有时呈垂直交错排列（地龙）；薄壁细胞纺锤形，壁略厚，有极细的斜向交错纹理（酒当归）。

（2）取本品内容物5g，研细，加水适量，煮沸，保持微沸5分钟，放冷，离心，取上清液加乙醚振摇提取2次，每次20ml，取乙醚液蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材0.3g，加乙醚20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10～20μl，对照药材溶液3～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（19：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品内容物5g，研细，照挥发油测定法（附录Ⅹ D甲法）提取挥发油，加环己烷2ml，作为供试品溶液。另取α-蒎烯对照品和乙酸辛酯对照品，分别加环己烷制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照气相色谱法（附录Ⅵ E）试验，聚乙二醇20000（PEG-20M）毛细管柱（柱长为30m，柱内径为0.32mm，膜厚度0.5μm），柱温为程序升温，初始温度50℃，保持3分钟，以每分钟25℃的速率升温至200℃，保持1分钟，再以每分钟20℃的速率升温至230℃，保持2分钟；进样口温度为230℃，检测器温度为260℃，分流进样，分流比为20：1。吸取供试品溶液5μl、对照品溶液各1μl，注入气相色谱仪。供试品溶液色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 **双酯型生物碱限量** 取本品内容物适量，研细，称取5.83g〔规格（1）〕或6.67g〔规格（2）〕，置锥形瓶中，加氨试液6.0ml，拌匀，放置30分钟，加无水乙醚95ml，超声处理（功率250W，频率33kHz，温度不超过25℃）40分钟，滤过，滤液用盐酸溶液（4→100）振摇提取3次（20ml，15ml，15ml），合并盐酸提取液，用浓氨试液调节pH值至9～10，用无水乙醚振摇提取3次，每次20ml，合并乙醚提取液，挥干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取乌头碱对照品、次

乌头碱对照品、新乌头碱对照品,分别加无水乙醇制成每1ml含1.0mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液15μl、对照品溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-二乙胺(7:2:0.5)为展开剂,预饱和15分钟后展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点应小于对照品的斑点或不出现斑点。

其他 应符合胶囊剂项下有关各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以(50%-苯基)-甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱(柱长为30m,内径为0.32mm,膜厚度为0.50μm);柱温为程序升温;初始温度100℃,以每分钟10℃的速率升温至200℃,保持20分钟。理论板数按麝香酮峰计算应不低于20000。

对照品溶液的制备 取麝香酮对照品适量,精密称定,加无水乙醇制成每1ml含0.4mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物,研细,取约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙酸乙酯5ml,称定重量,超声处理(功率250W,频率33kHz)30分钟,放置至室温,再称定重量,用乙酸乙酯补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,离心,取上清液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液2μl与供试品溶液3μl,注入气相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含人工麝香以麝香酮($C_{16}H_{30}O$)计,规格(1)不得少于0.28mg,规格(2)不得少于0.21mg。

【功能与主治】 散结消肿,化瘀止痛。用于阴疽初起,皮色不变,肿硬作痛,多发性脓肿,瘿瘤,瘰疬,乳岩,乳癖。

【用法与用量】 口服。规格(1):一次3~7粒,一日2次。规格(2):一次4~10粒,一日2次;小儿酌减。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 (1)每粒装0.35g (2)每粒装0.30g

【贮藏】 密封。

天王补心丸(浓缩丸)

Tianwang Buxin Wan

【处方】

丹参 25g	当归 50g
石菖蒲 25g	党参 25g
茯苓 25g	五味子 50g
麦冬 50g	天冬 50g
地黄 200g	玄参 25g
制远志 25g	炒酸枣仁 50g
柏子仁 50g	桔梗 25g
甘草 25g	朱砂 10g

【制法】 以上十六味,当归、丹参、党参、茯苓、桔梗及麦冬25g粉碎成细粉;朱砂水飞成极细粉,与上述粉末配研;地黄加水煎煮三次,第一次3小时,第二次2小时,第三次1小时,煎液滤过,滤液合并,浓缩成稠膏;剩余麦冬和其余五味子等八味加水煎煮二次,第一次3小时,第二次2小时,煎液滤过,滤液合并,浓缩成稠膏,与上述细粉和稠膏混匀,制丸,干燥,即得。

【性状】 本品为棕色至棕黑色的浓缩水丸;气微香,味甘、苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:不规则分支状团块无色,遇水合氯醛液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4~6μm(茯苓)。石细胞斜方形或多角形,一端稍尖,壁较厚,纹孔稀疏;联结乳管直径12~15μm,含细小颗粒状物(党参)。草酸钙针晶成束或散在,长24~50μm,直径约3μm(麦冬)。不规则细小颗粒暗棕红色,有光泽,边缘暗黑色(朱砂)。

(2)取本品10丸,研细,用水淘洗,得少量朱红色沉淀,取出,用盐酸湿润,在光洁铜片上轻轻摩擦,铜片表面即显银白色光泽,加热烘烤后,银白色即消失。

(3)取本品3g,研细,加乙酸乙酯20ml,超声处理15分钟,滤过,滤液挥干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取当归对照药材1g,加乙酸乙酯10ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品5g,研细,加水-三氯甲烷-盐酸(10:10:3)的混合溶液46ml,超声处理30分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇2ml使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取桔梗对照药材0.5g,加三氯甲烷-水-盐酸(10:10:3)的混合溶液10ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(3:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀硫酸,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-0.5%甲酸溶液(30:9:61)为流动相;检测波长为286nm。理论板数按丹酚酸B峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取丹酚酸B对照品适量,精密称定,加75%甲醇制成每1ml含0.14mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品,研细(过三号筛),取约3g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入75%甲醇50ml,称定重量,超声处理(功率250W,频率53kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用75%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1g 含丹参以丹酚酸 B($C_{36}H_{30}O_{16}$)计,不得少于 1.0mg。

【功能与主治】　滋阴养血,补心安神。用于心阴不足,心悸健忘,失眠多梦,大便干燥。

【用法与用量】　口服。一次 8 丸,一日 3 次。

【规格】　每 8 丸相当于饮片 3g

【贮藏】　密封。

天丹通络片

Tiandan Tongluo Pian

【处方】　川芎　　稀莶草
丹参　　水蛭
天麻　　槐花
石菖蒲　　人工牛黄
黄芪　　牛膝

【制法】　以上十味,人工牛黄研成细粉;取丹参适量,粉碎成细粉;剩余的丹参加乙醇加热回流提取二次,提取液滤过,滤液合并,减压回收乙醇并浓缩至稠膏;川芎、石菖蒲用水蒸气蒸馏提取挥发油,收集挥发油,备用,水溶液另器收集;药渣与丹参药渣及其余稀莶草等六味加水煎煮三次,煎液滤过,滤液合并,与上述水溶液合并,浓缩至清膏,加入乙醇醇沉,静置,滤过,滤液回收乙醇并浓缩成稠膏,与上述丹参稠膏混合,加入丹参细粉、人工牛黄细粉及适量的淀粉,真空干燥,粉碎,混匀,制粒,干燥,喷入上述挥发油,混匀,加入适量硬脂酸镁,混匀,压制成 1000 片,包薄膜衣,即得。

【性状】　本品为薄膜衣片,除去薄膜衣后显黄棕色至棕褐色;味苦、微涩。

【鉴别】　(1)取本品 10 片,研细,加甲醇 50ml,加热回流 1 小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水 50ml 使溶解,用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 30ml,合并三氯甲烷液,备用,水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次,每次 30ml,合并正丁醇液,加 0.28% 碳酸钠溶液提取 3 次,每次 50ml,弃去碳酸钠提取液,正丁醇液蒸干,残渣用甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品,加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 6μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13∶7∶2)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的三氯甲烷提取液,浓缩至约 1ml,作为供试品溶液。另取川芎对照药材 1g,加三氯甲烷 10ml,浸泡 2 小时并时时振摇,滤过,滤液浓缩至约 1ml,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 4μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品 10 片,研细,加乙醇 10ml,超声处理 15 分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取水蛭对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃ 加热至斑点显色清晰,分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,日光下显相同的紫红色斑点;紫外光下显相同的橙红色荧光斑点。

(4)取本品 10 片,研细,加乙醇 20ml,加热回流 1 小时,放冷,滤过,滤液作为供试品溶液。另取胆酸对照品、猪去氧胆酸对照品,加乙醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 6μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以异辛烷-乙酸乙酯-冰醋酸(15∶7∶5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%磷钼酸乙醇溶液,在 105℃ 加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取芦丁对照品,加甲醇制成每 1ml 含 4mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取〔鉴别〕(4)项下的供试品溶液 6μl 及上述对照品溶液 3μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-水(10∶2∶3)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏约 10 分钟,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的黄色斑点。

(6)取本品 3 片,研细,加石油醚(60 ～ 90℃)20ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加石油醚(60 ～ 90℃)1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取石菖蒲对照药材 0.2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 3μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60 ～ 90℃)-乙酸乙酯(4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。再置碘蒸气中熏,在日光下检视,显相同颜色的斑点。

(7)取本品 10 片,研细,加乙醇 20ml,加热回流 40 分钟,放冷,滤过,滤液加盐酸 1ml,加热回流 1 小时,浓缩至约 5ml,加水 10ml,用石油醚(60 ～ 90℃)20ml 振摇提取,提取液蒸干,残渣加乙醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取牛膝对照药材 1g,同法制成对照药材溶液。再取齐墩果酸对照品,加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液和对照药材溶

液各 10μl、对照品溶液 3μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸(14∶4∶0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%磷钼酸乙醇溶液,在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝色斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录 Ⅰ D)。

【含量测定】 **丹参酮 $Ⅱ_A$** 照高效液相色谱法(附录 Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(61∶39)为流动相;检测波长为 270nm。理论板数按丹参酮 $Ⅱ_A$ 峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备　取丹参酮 $Ⅱ_A$ 对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加甲醇制成每 1ml 含 16μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品,研细,取约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 25ml,称定重量,超声处理(功率 500W,频率 40kHz)30 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含丹参以丹参酮 $Ⅱ_A$ ($C_{19}H_{18}O_3$)计,不得少于 0.30mg。

丹酚酸 B 照高效液相色谱法(附录 Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-甲酸-水(30∶10∶1∶59)为流动相;检测波长为 286nm。理论板数按丹酚酸 B 峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备　取丹酚酸 B 对照品适量,精密称定,加 75%甲醇制成每 1ml 含 60μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品,研细,取约 0.1g,精密称定,置 25ml 量瓶中,加 75%甲醇适量,超声处理(功率 500W,频率 40kHz)30 分钟,放冷,加 75%甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含丹参以丹酚酸 B($C_{36}H_{30}O_{16}$)计,不得少于 2.0mg。

天麻素 照高效液相色谱法(附录 Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.05%磷酸溶液(3∶97)为流动相;检测波长为 220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备　取天麻素对照品适量,精密称定,加流动相制成每 1ml 含 50μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品,研细,取约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇 50ml,称定重量,超声处理(功率 500W,频率 40kHz)20 分钟,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 10ml,蒸干,残渣加流动相使溶解,转移至 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含天麻以天麻素($C_{13}H_{18}O_7$)计,不得少于 1.0mg。

【功能与主治】 活血通络,熄风化痰。用于中风中经络,风痰瘀血痹阻脉络证,症见半身不遂、偏身麻木、口眼歪斜、语言蹇涩;脑梗死急性期、恢复早期见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次 5 片,一日 3 次。

【注意】 脑出血患者急性期禁用。忌食生冷、辛辣、油腻食物。

【规格】 每片重 0.415g

【贮藏】 密封。

天丹通络胶囊

Tiandan Tongluo Jiaonang

【处方】

川芎	豨莶草
丹参	水蛭
天麻	槐花
石菖蒲	人工牛黄
黄芪	牛膝

【制法】 以上十味,人工牛黄研成细粉;取丹参适量,粉碎成细粉;剩余的丹参加乙醇加热回流提取二次,提取液滤过,滤液合并,减压回收乙醇并浓缩至稠膏;川芎、石菖蒲用水蒸气蒸馏提取挥发油,收集挥发油,备用,水溶液另器收集;药渣与丹参药渣及其余豨莶草等六味加水煎煮三次,煎液滤过,滤液合并,与上述水溶液合并,浓缩至清膏,加入乙醇醇沉,静置,滤过,滤液回收乙醇并浓缩至稠膏,与上述丹参稠膏混合,加入丹参细粉、人工牛黄细粉及适量的淀粉,真空干燥,粉碎,喷入上述挥发油,混匀,装入胶囊,制成 1000 粒,即得。

【性状】 本品为胶囊剂,内容物为黄棕色至棕褐色的粉末;味苦、微涩。

【鉴别】 (1)取本品内容物 4g,加甲醇 50ml,加热回流 1 小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水 50ml 使溶解,用三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 30ml,合并三氯甲烷液,备用,水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次,每次 30ml,合并正丁醇液,加 0.28% 碳酸钠溶液振摇提取 3 次,每次 50ml,弃去碳酸钠提取液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品,加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 6μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13∶7∶2)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃ 加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的三氯甲烷提取液,浓缩至约1ml,作为供试品溶液。另取川芎对照药材1g,加三氯甲烷10ml,浸泡2小时并时时振摇,滤过,滤液浓缩至约1ml,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各4μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品内容物4g,加乙醇10ml,超声处理15分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取水蛭对照药材1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,日光下显相同的紫红色斑点;紫外光下显相同的橙红色荧光斑点。

(4)取本品内容物4g,加乙醇20ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液作为供试品溶液。另取胆酸对照品、猪去氧胆酸对照品,加乙醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各6μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以异辛烷-乙酸乙酯-冰醋酸(15:7:5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取芦丁对照品,加甲醇制成每1ml含4mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取〔鉴别〕(4)项下的供试品溶液6μl及上述对照品溶液3μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-水(10:2:3)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏约10分钟,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的黄色斑点。

(6)取本品内容物1g,加石油醚(60～90℃)20ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加石油醚(60～90℃)1ml使溶解,作为供试品溶液。另取石菖蒲对照药材0.2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各3μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。再置碘蒸气中熏,日光下检视,显相同颜色的斑点。

(7)取本品内容物4g,加乙醇20ml,加热回流40分钟,放冷,滤过,滤液加盐酸1ml,加热回流1小时,浓缩至约5ml,加水10ml,用石油醚(60～90℃)20ml振摇提取,提取液蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取牛膝对照药材1g,同法制成对照药材溶液。再取齐墩果酸对照品,加乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液和对照药材溶液各10μl、对照品溶液3μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸(14:4:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%磷钼酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝色斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **丹参酮Ⅱ$_A$** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(61:39)为流动相;检测波长为270nm。理论板数按丹参酮Ⅱ$_A$峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取丹参酮Ⅱ$_A$对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加甲醇制成每1ml含16μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25ml,称定重量,超声处理(功率500W,频率40kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含丹参以丹参酮Ⅱ$_A$($C_{19}H_{18}O_3$)计,不得少于0.30mg。

丹酚酸B 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-甲酸-水(30:10:1:59)为流动相;检测波长为286nm。理论板数按丹酚酸B峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取丹酚酸B对照品适量,精密称定,加75%甲醇制成每1ml含60μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物0.1g,精密称定,置25ml量瓶中,加75%甲醇适量,超声处理(功率500W,频率40kHz)30分钟,放冷,加75%甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含丹参以丹酚酸B($C_{36}H_{30}O_{16}$)计,不得少于2.0mg。

天麻素 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.05%磷酸溶液(3:97)为流动相;检测波长为220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取天麻素对照品适量,精密称定,加流动相制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇50ml,密

塞，称定重量，超声处理(功率500W，频率40kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液10ml，蒸干，残渣加流动相使溶解，转移至10ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含天麻以天麻素($C_{13}H_{18}O_7$)计，不得少于1.0mg。

【功能与主治】 活血通络，熄风化痰。用于中风中经络，风痰瘀血痹阻脉络证，症见半身不遂、偏身麻木、口眼歪斜、语言謇涩；脑梗死急性期、恢复早期见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次5粒，一日3次。

【注意】 脑出血患者急性期禁用。忌食生冷、辛辣、油腻食物。

【规格】 每粒装0.4g

【贮藏】 密封。

元胡止痛颗粒

Yuanhu Zhitong Keli

【处方】 醋延胡索445g　　白芷223g

【制法】 以上二味，取白芷166g，粉碎成细粉；剩余的白芷与醋延胡索粉碎成粗粉，用60%乙醇浸泡24小时，加热回流提取二次，第一次3小时，第二次2小时，提取液滤过，滤液合并，浓缩至相对密度为1.32～1.35(60℃)，加入上述白芷细粉和适量蔗糖，混匀，制成颗粒，干燥，制成1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至棕黄色的颗粒；味甜，微苦。

【鉴别】 (1)取本品5g，研细，加沸水50ml使溶解，放冷，加浓氨试液1.5ml，用乙醚振摇提取2次，每次50ml，合并乙醚提取液，回收乙醚，残渣加乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取延胡索对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取延胡素乙素对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-三氯甲烷-甲醇(10：6：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置碘缸中熏至斑点显色清晰，取出，挥尽板上吸附的碘后，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品5g，研细，加石油醚(60～90℃)20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液挥散至约1ml，作为供试品溶液。另取白芷对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取欧前胡素对照品，加石油醚(60～90℃)制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶GF_{254}板上，以石油醚(60～90℃)-乙醚(3：2)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 **白芷**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(47：53)为流动相；检测波长为300nm。理论板数按欧前胡素峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取欧前胡素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含70μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液25ml，蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含白芷以欧前胡素($C_{16}H_{14}O_4$)计，不得少于0.25mg。

醋延胡索　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.6%冰醋酸溶液(用三乙胺调pH值至6.0)为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为280nm。理论板数按延胡索乙素峰计算应不低于6000。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～20	43	57
20～22	43→80	57→20
22～25	80→43	20→57
25～35	43	57

对照品溶液的制备　取延胡索乙素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下本品，混匀，取适量，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入浓氨试液-甲醇(1：20)的混合溶液50ml，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用浓氨试液-甲醇(1：20)的混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液25ml，蒸至近干，用甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含醋延胡索以延胡索乙素($C_{21}H_{25}NO_4$)计，不得少于0.80mg。

【功能与主治】 理气，活血，止痛。用于气滞血瘀的胃

痛，胁痛，头痛及痛经。

【用法与用量】 开水冲服。一次1袋，一日3次；或遵医嘱。

【规格】 每袋装5g

【贮藏】 密封。

元胡止痛滴丸

Yuanhu Zhitong Diwan

【处方】 醋延胡索86.6g　　白芷43.4g

【制法】 以上二味，粉碎成粗粉，用60%乙醇浸泡24小时，加热回流提取2次，第一次3小时，第二次2小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩成相对密度为1.40～1.45(60℃)的稠膏，备用。取聚乙二醇6000适量，加热使熔化，与上述稠膏混匀，滴制成1000丸，除去表面油迹，即得。

【性状】 本品为棕褐色的滴丸；气香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品0.5g，研细，加浓氨试液1.5ml使湿润，加石油醚(60～90℃)20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加石油醚(60～90℃)1ml使溶解，作为供试品溶液。另取延胡索对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取延胡索乙素对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-三氯甲烷-甲醇(10：6：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置碘缸中熏至斑点显色清晰，取出，挥尽板上吸附的碘后，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品2.5g，研细，加石油醚(60～90℃)20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取白芷对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}板上，以石油醚(60～90℃)-乙醚(3：2)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm和254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，紫外光(365nm)下显相同颜色的荧光斑点；紫外光(254nm)下显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合滴丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ K)。

【含量测定】 **白芷** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(47：53)为流动相；检测波长为300nm。理论板数按欧前胡素峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取欧前胡素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液25ml，蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含白芷以欧前胡素($C_{16}H_{14}O_4$)计，不得少于0.10mg。

醋延胡索　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.6%冰醋酸溶液(用三乙胺调pH值至6.0)为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为280nm。理论板数按延胡索乙素峰计算应不低于7000。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～20	43	57
20～22	43→80	57→20
22～25	80→43	20→57
25～35	43	57

对照品溶液的制备　取延胡索乙素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含25μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下本品，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入浓氨试液-甲醇(1：20)的混合溶液50ml，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用浓氨试液-甲醇(1：20)的混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，蒸至近干，残渣用甲醇溶解并转移至10ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含醋延胡索以延胡索乙素($C_{21}H_{25}NO_4$)计，不得少于0.28mg。

【功能与主治】 理气，活血，止痛。用于气滞血瘀的胃痛，胁痛，头痛及痛经。

【用法与用量】 口服。一次20～30丸，一日3次，或遵医嘱。

【规格】 每10丸重0.5g

【贮藏】 密封。

牛黄解毒软胶囊

Niuhuang Jiedu Ruanjiaonang

【处方】 人工牛黄2.5g　　雄黄25g

石膏100g　　大黄100g

黄芩75g　　桔梗50g

冰片12.5g　　甘草25g

【制法】 以上八味，除人工牛黄外，冰片研细；雄黄水飞成极细粉；大黄粉碎成细粉；其余黄芩等四味加水煎煮二次，每次2小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩成稠膏，加入雄黄、大黄粉末，混匀，干燥，粉碎成细粉，加入人工牛黄、冰片及大豆油，混匀，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为软胶囊，内容物为棕黄色黏稠状液体；有冰片香气，味微苦、辛。

【鉴别】 (1)取本品内容物，置显微镜下观察：不规则碎块金黄色或橙黄色，有光泽(雄黄)。草酸钙簇晶大，直径为60～140μm(大黄)。

(2)取本品内容物2g，加二氯甲烷25ml，研磨10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml，研磨2分钟，取上清液作为供试品溶液。另取胆酸对照品、猪去氧胆酸对照品，加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇-醋酸(20：25：3：2)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品内容物2g，加水20ml、盐酸1ml，加热回流40分钟，放冷，用乙醚30ml振摇提取，分取乙醚液，挥干，残渣加甲醇2ml使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品内容物4g，加乙酸乙酯-甲醇(3：1)的混合溶液40ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用乙醚洗涤2次，每次10ml，弃去乙醚液，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5：3：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品内容物1g，加乙醚20ml，超声处理5分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇2ml使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取冰片对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **三氧化二砷**　取本品内容物适量，混匀，取1.52g，精密称定，加稀盐酸20ml，时时搅拌1小时，离心(转速为每分钟3000转)5分钟，分取上清液；残渣用稀盐酸洗涤2次，每次10ml，搅拌10分钟，离心(转速为每分钟3000转)5分钟，分取上清液，与上述上清液转移至分液漏斗中，混匀，静置30分钟，分取上清液，转移至500ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。精密量取2ml，加盐酸2ml与水21ml，依法(附录Ⅸ F第一法)检查。所显砷斑颜色不得深于标准砷斑。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以聚乙二醇20000(PEG-20M)为固定相，涂布浓度为10%；柱温为155℃。理论板数按正十五烷峰计算应不低于1000。

校正因子测定　取正十五烷约125mg，精密称定，置25ml量瓶中，用石油醚(60～90℃)溶解并稀释至刻度，摇匀，作为内标溶液。另取冰片对照品约50mg，精密称定，置25ml量瓶中，精密加入内标溶液5ml，用石油醚(60～90℃)溶解并稀释至刻度，摇匀，吸取1～2μl，注入气相色谱仪，测定，计算校正因子。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，取约0.9g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入内标溶液5ml，再精密加入石油醚(60～90℃)20ml，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。

测定法　吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入气相色谱仪，测定，以龙脑、异龙脑峰面积之和计算，即得。

本品每粒含冰片($C_{10}H_{18}O$)不得少于8.8mg。

【功能与主治】 清热解毒。用于火热内盛，咽喉肿痛，牙龈肿痛，口舌生疮，目赤肿痛。

【用法与用量】 口服。一次4粒，一日2～3次。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 每粒装0.4g

【贮藏】 密封，置阴凉处。

牛黄解毒胶囊

Niuhuang Jiedu Jiaonang

【处方】 人工牛黄5g　雄黄50g
石膏200g　大黄200g
黄芩150g　桔梗100g
冰片25g　甘草50g

【制法】 以上八味，雄黄水飞成极细粉；大黄粉碎成细粉；人工牛黄研细；冰片研细，或用倍他环糊精包合；其余黄芩等四味加水煎煮二次，每次2小时，煎液滤过，滤液合并并浓缩至适量，加入雄黄和大黄的粉末，或加入雄黄、大黄粉末及

适量淀粉，混匀，制颗粒，干燥，或粉碎成细粉，再加入人工牛黄、冰片或冰片包合物，混匀，装入胶囊，制成1000粒或1500粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕黄色的颗粒和粉末或粉末；有冰片香气、味微苦、辛。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：不规则碎块金黄色或橙黄色，有光泽(雄黄)。草酸钙簇晶大，直径为60～140μm(大黄)。

(2)取本品内容物适量(相当于饮片约1.7g)，进行微量升华，所得白色升华物，加甲醇0.2ml使溶解，作为供试品溶液。另取冰片对照品，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(17∶3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品内容物适量(相当于饮片约1.7g)，加三氯甲烷15ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取胆酸对照品、猪去氧胆酸对照品，分别加乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇-醋酸(20∶25∶3∶2)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品内容物适量(相当于饮片约1.7g)，加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，加盐酸1ml，置水浴中加热30分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚提取液，蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.2g，加甲醇5ml，自“超声处理20分钟”起，同法制成对照药材溶液。再取大黄酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15∶5∶1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，分别显相同的橙黄色荧光斑点。置氨蒸气中熏后，在日光下检视，斑点变为红色。

(5)取本品内容物适量(相当于饮片约1.7g)，加乙醚30ml，超声处理15分钟，滤过，弃去乙醚液，滤渣挥尽乙醚，加甲醇30ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml，加热使溶解，滴加盐酸调节pH值至2～3，用乙酸乙酯30ml振摇提取，分取乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩对照药材1g，自“加乙醚30ml”起，同法制成对照药材溶液。再取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一以含4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5∶3∶1∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；在与对照品色谱的相应的位置上，显一相同的暗绿色斑点。

【检查】 **三氧化二砷** 取本品内容物适量，研细，取适量(相当于雄黄0.188g)，精密称定，加稀盐酸20ml，时时搅拌1小时，滤过，残渣用稀盐酸洗涤2次，每次10ml，搅拌10分钟，洗液与滤液合并，置500ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。精密量取5ml，置10ml量瓶中，加水至刻度，摇匀。精密量取2ml，加盐酸5ml与水21ml，依法(附录Ⅸ F第一法)检查。所显砷斑颜色不得深于标准砷斑。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.4%磷酸溶液(50∶50)为流动相；检测波长为278nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物适量，混匀，研细，取适量(相当于饮片约0.7g)，精密称定，置锥形瓶中，加甲醇80ml，加热回流15分钟，放冷，滤过，滤液置100ml量瓶中，残渣及容器用甲醇20ml分次洗涤，洗涤液滤入同一量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置10ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，〔规格(1)〕不得少于6.0mg；〔规格(2)〕不得少于4.0mg。

【功能与主治】 清热解毒。用于火热内盛，咽喉肿痛，牙龈肿痛，口舌生疮，目赤肿痛。

【用法与用量】 口服。一次2粒〔规格(1)〕，或一次3粒〔规格(2)〕，一日2～3次。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 (1)每粒相当于饮片0.78g　每粒装0.3g，每粒装0.4g，每粒装0.5g　(2)每粒相当于饮片0.52g　每粒装0.3g

【贮藏】 密封。

双黄连胶囊

Shuanghuanglian Jiaonang

【处方】 金银花 1875g　　黄芩 1875g

连翘 3750g

【制法】 以上三味，黄芩加水煎煮三次，第一次 2 小时，第二、三次每次 1 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.05～1.10(80℃)，于 80℃时用 2mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至 1.0～2.0，保温 1 小时，静置 24 小时，滤过，沉淀物用水洗至 pH 值为 5.0，继用 70%乙醇洗至 pH 值为 7.0，低温干燥，备用。金银花、连翘加水温浸 30 分钟，煎煮二次，每次 1.5 小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至相对密度为 1.20～1.25(75～80℃)，冷却至 40℃时，搅拌下缓缓加入乙醇，使含醇量达 75%，充分搅拌，静置 12 小时，滤取上清液，残渣加 75%乙醇适量，搅匀，静置 12 小时，滤过，合并乙醇液，回收乙醇至无醇味，加入上述黄芩提取物，并加水适量，搅拌使混悬，用 40%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0，搅匀，浓缩成稠膏，低温干燥，粉碎，加淀粉适量，混匀，或制颗粒，干燥，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为黄棕色至棕色的粉末或颗粒和粉末；气微，味苦。

【鉴别】 (1)取本品内容物 0.4g，加 75%乙醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品、绿原酸对照品，分别加 75%乙醇制成每 1ml 各含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各 1～2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以醋酸为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与黄芩苷对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；在与绿原酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取连翘对照药材 0.5g，加甲醇 10ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(5：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **山银花**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水为流动相 A，以乙腈为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱，柱温 32℃；蒸发光散射检测器检测；理论板数以灰毡毛忍冬皂苷乙计算应不低于 5000。

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0～12	80→72	20→28
12～27	72→67	28→33
27～30	67	33
30～33	67→80	33→20
33～40	80	20

对照品溶液的制备　取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 0.12mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的内容物，研细，取约 0.4g，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 50%甲醇适量，超声处理(功率 250W，频率 40kHz)20 分钟使溶解，放置至室温，加 50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液 10μl 与供试品溶液 20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱图中，不得出现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **金银花**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸(20：80：1)为流动相；检测波长为 324nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于 6000。

对照品溶液的制备　取绿原酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 40μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取 0.2g，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 50%甲醇适量，超声处理(功率 250W，频率 40kHz)20 分钟，放冷，加 50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含金银花以绿原酸($C_{16}H_{18}O_9$)计，不得少于 3.0mg。

黄芩　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸(50：50：1)为流动相；检测波长为 274nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 1500。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　精密量取金银花〔含量测定〕项下的续滤液 1ml，置 10ml 量瓶中，加 50%甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，不得少于 50mg。

连翘　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶

为填充剂;以乙腈-水(23∶77)为流动相;检测波长为278nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备　取连翘苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物,研细,取1.0g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率40kHz)20分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,蒸干,残渣加70%乙醇1ml使溶解,加在中性氧化铝柱(100～200目,6g,内径1cm)上,用70%乙醇60ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加50%甲醇适量,温热使溶解,转移至5ml量瓶中,加50%甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液15μl与供试品溶液10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含连翘以连翘苷($C_{27}H_{34}O_{11}$)计,不得少于1.50mg。

【功能与主治】 疏风解表,清热解毒。用于外感风热所致的感冒,症见发热、咳嗽、咽痛。

【用法与用量】 口服。一次4粒,一日3次。小儿酌减,或遵医嘱。

【规格】 每粒装0.4g

【贮藏】 密封。

正天丸

Zhengtian Wan

【处方】 钩藤　白芍
川芎　当归
地黄　白芷
防风　羌活
桃仁　红花
细辛　独活
麻黄　黑顺片
鸡血藤

【制法】 以上十五味,粉碎成细粉,混匀,制成水丸,干燥,包衣,打光,即得。

【性状】 本品为黑色的水丸;气微香,味微苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:花粉粒圆球形或椭圆形,直径约60μm,外壁有刺,有3个萌发孔(红花)。纤维束周围的细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(鸡血藤)。石细胞淡黄色、黄色、橙黄色、橙红色或黄棕色,贝壳形或类多角形,壁不均匀增厚,孔沟疏密不一(桃仁)。油管直径17～60μm,充满金黄色分泌物(防风)。

(2)取本品9g,研细,用浓氨试液湿润,加乙醚100ml,加热回流1小时,滤过,滤液用5%盐酸溶液振摇提取2次,每次20ml,合并提取液,用浓氨试液调节pH值至9,再用乙醚振摇提取2次,每次20ml,合并乙醚提取液,挥干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,离心,取上清液作为供试品溶液。另取钩藤对照药材2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10～20μl、对照药材溶液2～5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-丙酮-浓氨试液(50∶20∶0.3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品5g,研细,加水300ml,煎煮2小时,滤过,滤液加无水乙醇至含醇量达75%,静置过夜,滤过,滤液蒸至近干,残渣用水50ml溶解,用三氯甲烷振摇提取3次,每次30ml,弃去三氯甲烷液,水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取4次,每次30ml,合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的水50ml洗涤,正丁醇液蒸干,残渣用水20ml溶解,滤过,滤液蒸干,残渣用乙酸乙酯30ml溶解,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取白芍对照药材1.5g,加水50ml,煎煮1小时,滤过,滤液用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次30ml,合并正丁醇提取液,自"用正丁醇饱和的水50ml洗涤"起,同法制成对照药材溶液。再取芍药苷对照品,加甲醇制成每1ml含5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇(7∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取麻黄对照药材1g,用浓氨试液湿润,加乙醚40ml,加热回流1小时,滤过,滤液挥干,残渣加无水乙醇2ml使溶解,滤过,滤液作为对照药材溶液。再取盐酸麻黄碱对照品,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液和对照药材溶液各10～20μl、对照品溶液2～5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(4∶1∶0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取本品10g,研细,加水80ml,超声处理30分钟,再加入石油醚(60～90℃)50ml,超声处理30分钟,分取石油醚液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取独活对照药材1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(2∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **双酯型生物碱**　取本品8g,研细,加氨试液15ml,振摇10分钟使浸润,加乙醚150ml,振摇30分钟,放置

2小时，分取乙醚液，挥干，残渣用无水乙醇溶解使成2ml，作为供试品溶液。另取新乌头碱对照品、次乌头碱对照品、乌头碱对照品适量，精密称定，加无水乙醇制成每1ml各含2.0mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，精密吸取供试品溶液10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇（16∶9∶2.5）为展开剂，置用氨蒸气预平衡20分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点应小于对照品的斑点，或不出现斑点。

其他　应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（15∶85）为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取芍药苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品30g，研细，取约1g，精密称定，加50％乙醇15ml，超声处理（功率200W，频率59kHz）30分钟，滤过，取滤液；用适量的50％乙醇洗涤容器和残渣，洗液并入滤液中，蒸干，残渣用80％甲醇5ml溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，4.5g，柱内径为0.9cm）上，用80％甲醇80ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含白芍以芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）计，不得少于0.72mg。

【功能与主治】　疏风活血，养血平肝，通络止痛。用于外感风邪、瘀血阻络、血虚失养、肝阳上亢引起的偏头痛、紧张性头痛、神经性头痛、颈椎病型头痛、经前头痛。

【用法与用量】　饭后服用。一次6g，一日2～3次。15天为一个疗程。

【规格】　（1）每瓶装60g　（2）每袋装6g

【贮藏】　密封。

生血宝合剂

Shengxuebao Heji

【处方】　制何首乌344g　女贞子430.7g
桑椹430.7g　墨旱莲430.7g
白芍344g　黄芪344g
狗脊344g

【制法】　以上七味，加水浸泡20分钟，煎煮二次，第一次2小时，第二次1.5小时，合并煎液，滤过，滤液减压浓缩至1000ml，加入甜菊素5g，羟苯乙酯1.5g，混匀，分装，即得。

【性状】　本品为棕色至棕褐色的液体；气微香，味甜、微苦。

【鉴别】　（1）取本品10ml，加水10ml，混匀，加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-乙酸乙酯-浓氨试液（50∶20∶10∶2.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5％香草醛硫酸溶液，热风吹至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品10ml，加水10ml，混匀，再加盐酸3ml，置水浴上加热1小时，立即冷却，加乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加三氯甲烷2ml使溶解，作为供试品溶液。另取制何首乌对照药材3g，加水适量，煎煮30分钟，滤过，滤液加盐酸3ml，同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品、大黄素甲醚对照品，分别加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述供试品溶液10μl、对照药材溶液和对照品溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30～60℃）-甲酸乙酯-甲酸（15∶5∶1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品10ml，加水20ml，混匀，加乙醚轻摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取墨旱莲对照药材4g，加乙醚20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（9∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应位置上，显相同的绿色荧光斑点。

（4）取本品10ml，加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次15ml，合并正丁醇液，用5％碳酸钠溶液洗涤3次，每次15ml，再以水10ml洗涤2次，弃去水层，正丁醇液置水浴上蒸干，加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13∶7∶2）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5％硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点。

（5）取本品10ml，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次，每次10ml，弃去氨试液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶

液。另取特女贞苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液3～5μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-水(4：5：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **相对密度** 应不低于1.05(附录Ⅶ A)。

pH值 应为4.0～6.0(附录Ⅶ G)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 **白芍** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水-磷酸(13：87：0.15)为流动相；检测波长为230nm。理论板数以芍药苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量，精密称定加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品2ml，置50ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1ml含白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计，不得少于2.9mg。

制何首乌 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定(避光操作)。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(20：80)为流动相；检测波长为320nm。理论板数按2,3,5,4′-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取2,3,5,4′-四羟基二苯乙烯-2-*O*-*β*-D-葡萄糖苷对照品适量，精密称定加稀乙醇制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品2ml，置50ml量瓶中，加稀乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1ml含制何首乌以2,3,5,4′-四羟基二苯乙烯-2-O-β-D-葡萄糖苷($C_{20}H_{22}O_9$)计，不得少于0.20mg。

【功能与主治】 滋补肝肾，益气生血。用于肝肾不足、气血两虚所致的神疲乏力、腰膝痠软、头晕耳鸣、心悸、气短、失眠、咽干、纳差食少；放、化疗所致的白细胞减少，缺铁性贫血见上述证候者。

【用法与用量】 口服，一次15ml，一日3次。

【规格】 每瓶装100ml

【贮藏】 密封，置阴凉处。

归脾合剂

Guipi Heji

【处方】 党参68g 炒白术136g
炙黄芪68g 炙甘草34g
茯苓136g 制远志136g
炒酸枣仁68g 龙眼肉136g
当归136g 木香34g
大枣(去核)34g 生姜17g

【制法】 以上十二味，白术、木香和当归分别蒸馏提取挥发油；当归药渣用50%乙醇作溶剂进行渗漉，收集渗漉液，回收乙醇；白术和木香的药渣与其余党参等九味加水煎煮三次，第一次2小时，第二次1.5小时，第三次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至适量，与上述渗漉液合并，静置，滤过，滤液浓缩至约1000ml，加入苯甲酸钠3g，放冷，加入上述挥发油，加水至1000ml，混匀，即得。

【性状】 本品为红棕色至棕黑色的液体；气芳香，味微甘、微苦。

【鉴别】 (1)取〔含量测定〕项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取党参对照药材0.5g，加甲醇50ml，加热回流2小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次40ml，合并正丁醇液，用氨试液40ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-乙醇-水(7：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取本品20ml，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次30ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加盐酸无水乙醇溶液(10→100)20ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液加水30ml，用三氯甲烷振摇提取2次，每次20ml，合并三氯甲烷提取液，蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取远志对照药材1g，自“加盐酸无水乙醇溶液(10→100)20ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-三氯甲烷-丙酮(0.2：8：3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品20ml，用乙醚振摇提取2次，每次25ml，合并乙醚提取液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材1g，加甲醇10ml，超声处理15分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸

取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（4）取本品，照〔含量测定〕项下的方法试验。供试品色谱中应呈现与黄芪甲苷对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 **相对密度**　应不低于 1.08（附录Ⅶ A）。

pH 值　应为 3.5～5.5（附录Ⅶ G）。

其他　应符合合剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ J）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（32：68）为流动相；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备　取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　精密量取本品 25ml，置分液漏斗中，用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次（首次轻轻振摇），每次 25ml，合并正丁醇提取液，用氨试液 25ml 分 3 次洗涤，正丁醇液蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至 5ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液 10μl 和 20μl、供试品溶液 20μl，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每 1ml 含炙黄芪以黄芪甲苷（$C_{41}H_{68}O_{14}$）计，不得少于 15μg。

【功能与主治】 益气健脾，养血安神。用于心脾两虚，气短心悸，失眠多梦，头昏头晕，肢倦乏力，食欲不振，崩漏便血。

【用法与用量】 口服。一次 10～20ml，一日 3 次；用时摇匀。

【规格】 （1）每支装 10ml　（2）每瓶装 100ml　（3）每瓶装 120ml

【贮藏】 密封，置阴凉处。

四　神　片

Sishen Pian

【处方】 肉豆蔻（煨）189g　　盐补骨脂 377g
醋五味子 189g　　制吴茱萸 94g
大枣（去核）189g　　干姜 94g

【制法】 以上六味，大枣加水煎煮二次，每次 1 小时，合并煎液，浓缩至相对密度为 1.20～1.30（55℃）；肉豆蔻、制吴茱萸、盐补骨脂、醋五味子用 60％乙醇作溶剂进行渗漉；干姜用乙醇作溶剂进行渗漉，上述渗漉液合并，回收乙醇并浓缩，与大枣浓缩膏及适量的淀粉等辅料混匀，制成颗粒，干燥，放冷，压制成 1000 片，或包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的片；或为薄膜衣片，除去包衣后显黄棕色至深褐色；味酸、辛。

【鉴别】 （1）取本品 2 片，研细，加乙醇 15ml，超声处理 40 分钟，放冷，滤过，滤液作为供试品溶液。另取吴茱萸对照药材 0.4g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 2～4μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯-甲醇-三乙胺（19：5：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10％硫酸乙醇溶液，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（2）取本品 1 片，研细，加乙酸乙酯 15ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取补骨脂素对照品、异补骨脂素对照品，加乙酸乙酯制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 1～4μl，分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60～90℃）-三氯甲烷-乙酸乙酯（10：1：4）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10％氢氧化钾甲醇溶液，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品 5 片，研细，加水 40ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 20ml 使溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取五味子对照药材 1g，加水 20ml，同法制成对照药材溶液。再取五味子醇甲对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各 2～6μl，分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上，以石油醚（30～60℃）-甲酸乙酯-甲醇（15：5：0.3）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 **盐补骨脂**　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（28：72）为流动相；检测波长为 246nm。理论板数按补骨脂素峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备　分别取补骨脂素对照品、异补骨脂素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含补骨脂素 5μg、异补骨脂素 7μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品 10 片，薄膜衣片除去包衣，精密称定，研细，取素片约 0.5g，或取薄膜衣片 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 200W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，再称定重量，

用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液 2ml,置 10ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含补骨脂以补骨脂素($C_{11}H_6O_3$)和异补骨脂素($C_{11}H_6O_3$)的总量计,不得少于 1.6mg。

醋五味子　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以乙腈-0.1%磷酸溶液(34∶66)为流动相;检测波长为 250nm。理论板数按五味子醇甲峰计算应不低于 10000。

对照品溶液的制备　取五味子醇甲对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品 10 片,薄膜衣片除去包衣,精密称定,研细,取素片约 1g,或取薄膜衣片 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 20ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 200W,频率 40kHz)40 分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含五味子以五味子醇甲($C_{24}H_{32}O_7$)计,不得少于 0.42mg。

【功能与主治】　温肾散寒,涩肠止泻。用于肾阳不足所致的泄泻,症见肠鸣腹胀、五更溏泻、食少不化、久泻不止、面黄肢冷。

【用法与用量】　口服。一次 4 片,一日 2 次。

【规格】　(1)素片　每片重 0.6g　(2)薄膜衣片　每片重 0.3g

【贮藏】　密封。

芎菊上清丸(大蜜丸)

Xiongju Shangqing Wan

【处方】

川芎 20g	菊花 240g
黄芩 120g	栀子 30g
炒蔓荆子 30g	黄连 20g
薄荷 20g	连翘 30g
荆芥穗 30g	羌活 20g
藁本 20g	桔梗 30g
防风 30g	甘草 20g
白芷 80g	

【制法】　以上十五味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每 100g 粉末加炼蜜 150～160g,制成大蜜丸,即得。

【性状】　本品为棕褐色至棕黑色的大蜜丸;味甘、微苦。

【鉴别】　(1)取本品,置显微镜下观察:韧皮纤维淡黄色,梭形,壁厚,孔沟细(黄芩)。种皮石细胞黄色或淡棕色,多破碎,完整者长多角形、长方形或形状不规则,壁厚,有大的圆形纹孔,胞腔棕红色(栀子)。宿萼表皮非腺毛 2～3 细胞,顶端细胞的基部稍粗,壁有疣状突起(炒蔓荆子)。木纤维鲜黄色,成束,较细长,壁稍厚,纹孔明显(黄连)。内果皮纤维上下层纵横交错,纤维短梭状(连翘)。果皮石细胞淡黄棕色或淡黄色,多成片,细胞界限不明显,垂周壁稍厚,深波状弯曲,纹孔稀疏(荆芥穗)。油管含金黄色分泌物,直径约 30μm(防风)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草)。花粉粒类圆形,直径 24～34μm,外壁有刺,长 3～5μm,具 3 个萌发孔(菊花)。

(2)取本品 1 丸,剪碎,加硅藻土 6g,研匀,加乙醚 50ml,超声处理 30 分钟,滤过,药渣挥干乙醚备用;滤液挥干乙醚,残渣加乙酸乙酯 0.5ml 使溶解,作为供试品溶液。另取异欧前胡素对照品,加乙酸乙酯制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述供试品溶液 15μl、对照品溶液 2μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(30～60℃)-乙醚(5∶2)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的药渣,加稀盐酸 1ml 与乙酸乙酯 50ml,超声处理 30 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 2ml 使溶解,作为供试品溶液。另取菊花对照药材 0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 2μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(1∶15∶1∶1∶2)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品 1 丸,剪碎,加硅藻土 6g,研匀,加甲醇 40ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加少量水使溶解,通过 D101 大孔吸附树脂柱(柱内径 1.5cm,柱高 12cm),以水 100ml 洗脱,弃去水液,再用 30%乙醇 100ml 洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取栀子苷对照品,加乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 4μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15∶40∶22∶10)10℃放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 5%香草醛硫酸溶液(必要时在 105℃加热至斑点显色清晰)。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取本品 3g,剪碎,加硅藻土 2g,研匀,加甲醇 10ml,超声处理 20 分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取黄连对照药材 30mg,加甲醇 5ml,同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录 Ⅵ B)试验,吸取上述供试品溶液 4μl、对照药材溶液及对照品溶液各 2μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(7∶1∶2)为展开剂,

展开，取出，晾干，在紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱及对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸（46：54：0.2）为流动相；检测波长为277nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品，剪碎，取约1g，精密称定，加硅藻土0.6g，研匀，转移至具塞锥形瓶中，加70%乙醇50ml，超声处理（功率120W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，滤液置100ml量瓶中，用少量70%乙醇分次洗涤容器和残渣，洗液滤入同一量瓶中，加70%乙醇至刻度，摇匀，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含黄芩以黄芩苷（$C_{21}H_{18}O_{11}$）计，不得少于41.0mg。

【功能与主治】 清热解表，散风止痛。用于外感风邪引起的恶风身热、偏正头痛、鼻流清涕、牙疼喉痛。

【用法与用量】 口服。一次1丸，一日2次。

【注意】 体虚者慎用。

【规格】 每丸重9g

【贮藏】 密封。

伤科接骨片

Shangke Jiegu Pian

【处方】

红花	土鳖虫
朱砂	马钱子粉
炙没药	三七
海星	炙鸡骨
冰片	煅自然铜
炙乳香	甜瓜子

【制法】 以上十二味，朱砂水飞成极细粉，冰片研成细粉；其余红花等十味粉碎成细粉，与朱砂极细粉混匀，加淀粉糊适量，制成颗粒，干燥，加入冰片细粉及适量硬脂酸镁，混匀，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显灰褐色至棕褐色；味苦、腥。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：花粉粒类圆形或椭圆形，直径43～66μm，外壁有齿状突起，具3个萌发孔（红花）。体壁碎片棕色或棕红色，有圆形毛窝，直径8～24μm，有的具长短不一的刚毛（土鳖虫）。不规则细小颗粒暗红棕色，有光泽，边缘暗黑色（朱砂）。非腺毛单细胞，多碎断，壁极厚，木化，基部膨大似石细胞（马钱子粉）。树脂道碎片含棕黄色分泌物（三七）。不规则形碎块，无色，有光泽，完整者表面有圆形窝孔，多数碎块边缘呈半圆环状，有突起（海星）。

（2）取本品5片，除去包衣，研细，加甲醇10ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取三七对照药材1g，自“加甲醇10ml”起，同法制成对照药材溶液。再取三七皂苷R_1对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液和对照药材溶液各5μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同的淡紫色斑点。

（3）取本品10片，除去包衣，研细，加80%丙酮溶液10ml，密塞，超声处理15分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取红花对照药材0.5g，自“加80%丙酮溶液10ml”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶H薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-水-甲醇（7：2：3：0.4）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的橙红色斑点。

（4）取本品10片，除去包衣，研细，加三氯甲烷15ml，振摇，浸渍2小时，滤过，滤液作为供试品溶液。另取冰片对照品，加三氯甲烷制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液8μl、对照品溶液3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（17：3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 马钱子粉 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液与0.02mol/L磷酸二氢钾溶液的等量混合溶液（用10%磷酸溶液调节pH值至2.8）（21：79）为流动相；检测波长为260nm。理论板数按士的宁峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取士的宁对照品、马钱子碱对照品各10mg，精密称定，分别置25ml量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。分别精密量取士的宁溶液2ml、马钱子碱溶液1ml，置同一100ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得（每1ml含士的宁8μg、马钱子碱4μg）。

供试品溶液的制备 取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加氢氧化钠试液3ml，摇匀，放置30分钟，精密加入三氯甲烷20ml，密塞，称定

重量，置水浴中加热回流2小时，放冷，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀，分取三氯甲烷提取液，用铺有少量无水硫酸钠的滤纸滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含马钱子粉以士的宁($C_{12}H_{22}N_2O_2$)计，应为80～170μg；以马钱子碱($C_{23}H_{26}N_2O_4$)计，不得少于40μg。

朱砂　取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约3.5g，精密称定，置250ml烧瓶中，加硫酸20ml与硝酸钾2.5g，加热使呈黄白色，放冷，加水50ml，滴加1%高锰酸钾溶液至溶液显粉红色，超声处理5分钟，若粉红色消失，继续滴加高锰酸钾溶液至溶液显粉红色并2分钟不消失，再滴加2%硫酸亚铁溶液至红色消失，加硫酸铁铵指示液2ml，用硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)相当于11.63mg硫化汞(HgS)。

本品每片含朱砂以硫化汞(HgS)计，应为7～12mg。

【功能与主治】　活血化瘀，消肿止痛，舒筋壮骨。用于跌打损伤，闪腰岔气，筋伤骨折，瘀血肿痛。

【用法与用量】　口服。成人一次4片；十岁至十四岁儿童一次3片，一日3次。以温开水或温黄酒送服。

【注意】　(1)本品不可随意增加服量，增加时，需遵医嘱。(2)孕妇忌服。(3)十岁以下儿童禁服。

【规格】　(1)薄膜衣片　每片重0.33g　(2)糖衣片(片心重0.33g)

【贮藏】　密封。

血府逐瘀口服液

Xuefu Zhuyu Koufuye

【处方】

柴胡 17g	当归 50g
地黄 50g	赤芍 33g
红花 50g	桃仁 67g
麸炒枳壳 33g	甘草 17g
川芎 25g	牛膝 50g
桔梗 25g	

【制法】　以上十一味，柴胡、当归、枳壳、川芎蒸馏提取芳香水，备用；药渣与地黄等其余七味加水煎煮三次，每次2小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度约1.10(60℃)，加乙醇使含醇量达60%，冷藏24小时，滤过，滤液回收乙醇至无醇味，加入蔗糖100g、蜂蜜200g、山梨酸钾0.5g及上述芳香水，搅匀，加水至1000ml，混匀，调节pH值为5.0，冷藏，滤过，灌装，灭菌，即得。

【性状】　本品为棕红色的液体；味甜、苦、微辛辣。

【鉴别】　(1)取本品30ml，加乙醚20ml，振摇提取，取乙醚液，备用。水液加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次15ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次，每次30ml，弃去氨洗液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取柴胡对照药材0.5g，加水30ml，加热回流1小时，滤过，滤液加乙醚20ml提取，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13∶7∶2)10℃以下放置分层的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点；紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品10ml，用水饱和的正丁醇轻微振摇提取3次，每次15ml，合并正丁醇液，用水洗涤2次，每次20ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取枳壳对照药材1g，加甲醇10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液1～4μl，对照药材溶液2μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13∶6∶2)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，在105℃加热10分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取甘草对照药材0.5g，加甲醇20ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液及上述对照药材溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙醇-水(6∶4∶1)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%对二甲氨基苯甲醛的40%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取〔鉴别〕(1)项下的备用乙醚液，加水洗涤2次，每次20ml，弃去水液，乙醚液低温蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材、川芎对照药材各0.5g，加乙醚20ml，超声处理10分钟，滤过，滤液挥干，残渣分别加乙酸乙酯1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液1～2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(5)取牛膝对照药材1g，加50%甲醇25ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液加水20ml，加水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次25ml，合并正丁醇液，加正丁醇饱和的水洗涤2次，每次25ml，弃去水液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液4～10μl及上述对照药材溶

液 6μl,分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-乙酸乙酯-浓氨试液(50：20：10：2.5)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(6)取本品 20ml,加 7%硫酸乙醇-水(1：3)混合液 20ml,加热回流 3 小时,放冷,加三氯甲烷振摇提取 2 次,每次 20ml,合并三氯甲烷液,加水洗涤 2 次,每次 20ml,弃去水液,三氯甲烷液用适量无水硫酸钠脱水,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取桔梗对照药材 2g,加 7%硫酸乙醇-水(1：3)混合液 20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液 2～6μl 与对照药材溶液 6～10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-乙醚(2：1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 **相对密度** 应不低于 1.08(附录Ⅶ A)。

pH 值 应为 4.0～5.5(附录Ⅶ G)。

乙醇量 不得过 5.0%(附录Ⅸ M)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 **赤芍及枳壳** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 70%乙腈为流动相 A,0.1%磷酸为流动相 B,按下表中的规定进行梯度洗脱;芍药苷检测波长为 230nm,柚皮苷检测波长为 283nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 5000。

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0～25	24→40	76→60
25～26	40→100	60→0
26～30	100	0
30～31	100→24	0→76
31～45	24	76

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品、柚皮苷对照品适量,精密称定,加 70%乙醇制成每 1ml 中含芍药苷 100μg、柚皮苷 200μg 的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 2ml,置 10ml 量瓶中,加 70%乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每 1ml 含赤芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计,不得少于 0.25mg;含枳壳以柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)计,不得少于 0.66mg。

桃仁 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(25：75)为流动相,蒸发光散射检测器检测。理论板数按苦杏仁苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取苦杏仁苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1ml 含苦杏仁苷 100μg 及 480μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 2ml,置 10ml 量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,用外标两点法对数方程计算,即得。

本品每 1ml 含桃仁以苦杏仁苷($C_{20}H_{27}NO_{11}$)计,不得少于 0.67mg。

【功能与主治】 活血祛瘀,行气止痛。用于气滞血瘀所致的胸痹、头痛日久、痛如针刺而有定处、内热烦闷、心悸失眠、急躁易怒。

【用法与用量】 空腹服。一次 20ml,一日 3 次。

【注意】 忌食辛冷食物;孕妇禁用。

【规格】 每支装 10ml

【贮藏】 密封,置阴凉处。

血府逐瘀丸

Xuefu Zhuyu Wan

【处方】

柴胡 50g	当归 150g
地黄 150g	赤芍 100g
红花 150g	桃仁 200g
麸炒枳壳 100g	甘草 50g
川芎 75g	牛膝 150g
桔梗 75g	

【制法】 以上十一味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每 100g 粉末加炼蜜 110～130g 制成大蜜丸,即得。

【性状】 本品为褐色的大蜜丸;味甜、辛。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:油管含淡黄色或黄棕色条状分泌物,直径 8～25μm(柴胡)。螺纹导管直径 14～50μm,增厚壁互相连接,似网状螺纹导管(川芎)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(枳壳)。花粉粒圆球形或椭圆形,直径约 60μm,外壁有刺,具 3 个萌发孔(红花)。

(2)取本品 9g,加硅藻土 6g,研匀,加甲醇 50ml,加热回流 60 分钟,放冷,离心 5 分钟,取上清液,蒸干,残渣加水 20ml 使溶解,加 50%乙醇 10ml 及稀盐酸 1ml,摇匀,用乙醚振摇提取 2 次,每次 25ml,合并乙醚提取液(酸水溶液备用),用水洗涤 2 次,每次 25ml,弃去水洗液,乙醚液低温蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取阿魏酸对照品,加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液 2～6μl、对照品溶液 2μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20：10：1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以新配制的 1%三氯化铁溶液与 1%铁氰化钾溶液等量的混合溶液,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的备用酸水溶液,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次25ml,合并乙酸乙酯提取液(酸水溶液备用),用水洗涤2次,每次25ml,弃去水洗液,乙酸乙酯液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取枳壳对照药材1g,加甲醇10ml,超声处理10分钟,滤过,滤液作为对照药材溶液。再取柚皮苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液2～4μl、对照药材溶液和对照品溶液各2μl,分别点于同一高效硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13：6：2)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%三氯化铝乙醇溶液,在105℃加热10分钟,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的备用酸水溶液,用水饱和的正丁醇振摇提取2次,每次20ml,合并正丁醇提取液,取半量的正丁醇液(剩余量备用),用氨试液洗涤2次,每次20ml,弃去氨洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取牛膝对照药材1g,加50%甲醇25ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液加水20ml,用水饱和的正丁醇振摇提取2次,每次25ml,合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的水洗涤2次,每次25ml,弃去水洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。再取β-蜕皮甾酮对照品和芍药苷对照品,分别加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液4～10μl、对照药材溶液6μl和对照品溶液各2μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(2：4：8：1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和β-蜕皮甾酮对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。喷以5%香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与芍药苷对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取〔鉴别〕(4)项下剩余的正丁醇提取液,用水洗涤2次,每次20ml,弃去水洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g,加乙醚40ml,加热回流1小时,滤过,药渣加甲醇30ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水40ml使溶解,用正丁醇振摇提取3次,每次20ml,合并正丁醇提取液,用水洗涤3次,每次20ml,弃去水洗液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液2～6μl、对照药材溶液1μl,分别点于同一高效硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-冰醋酸-甲酸-水(15：1：1：2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(6)取本品9g,加硅藻土6g,研匀,加甲醇50ml,加热回流60分钟,放冷,离心5分钟,取上清液,减压回收溶剂并蒸干,残渣加7%硫酸乙醇溶液-水(1：3)的混合溶液20ml,置水浴上加热回流3小时,放冷,用三氯甲烷振摇提取2次,每次20ml,合并三氯甲烷提取液,用水洗涤2次,每次20ml,弃去水洗液,三氯甲烷液用适量无水硫酸钠脱水,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取桔梗对照药材1g,加7%硫酸乙醇溶液-水(1：3)的混合溶液20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液2～6μl、对照药材溶液4μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以三氯甲烷-乙醚(2：1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。再喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅵ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以70%乙腈为流动相A,0.1%磷酸溶液为流动相B;芍药苷检测波长为230nm,柚皮苷检测波长为283nm;理论板数按芍药苷峰计算应不低于5000。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～25	24→40	76→60
25～26	40→100	60→0
26～30	100	0

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品和柚皮苷对照品适量,精密称定,加70%乙醇制成每1ml含芍药苷30μg、柚皮苷45μg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,剪碎,混匀,取约1.0g,精密称定,精密加入70%乙醇50ml,称定重量,置水浴上加热回流45分钟,放冷,再称定重量,用70%乙醇补足减失的重量,摇匀,离心(转速为每分钟3000转)5分钟,取上清液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每丸含赤芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计,不得少于4.0mg;含麸炒枳壳以柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)计,不得少于8.7mg。

【功能与主治】 活血祛瘀,行气止痛。用于气滞血瘀所致的胸痛、头痛日久、痛如针刺而有定处、内热烦闷、心悸失眠、急躁易怒。

【用法与用量】 空腹时用红糖水送服。一次1～2丸,一日2次。

【注意】 忌食辛冷食物;孕妇禁用。

【规格】 每丸重9g

【贮藏】 密封。

血脂康胶囊

Xuezhikang Jiaonang

【处方】 红曲

【制法】 取部分红曲，粉碎成细粉；剩余红曲加一定浓度的乙醇回流提取二次，滤过，合并滤液，回收乙醇，浓缩至适量，喷入红曲细粉中，制颗粒，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为紫红色的颗粒和粉末；气微酸，味淡。

【鉴别】 (1)取〔含量测定〕项下的供试品溶液1ml，置10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅴ A)测定，在230nm、237nm与246nm波长处有最大吸收。

(2)取本品内容物0.3g，加75%乙醇3ml，摇匀，超声处理20分钟，离心，取上清液作为供试品溶液。另取红曲对照药材1g，加75%乙醇5ml，摇匀，超声处理1小时，离心，取上清液作为对照药材溶液。再取洛伐他汀对照品，加75%乙醇制成每1ml含0.8mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-丙酮(4∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%磷钼酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【指纹图谱】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(Cosmosil $5C_{18}$-MS-Ⅱ，柱长为25cm，柱内径为4.6mm，粒径为5μm)；以乙腈为流动相A，以0.05%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1ml；柱温为30℃；检测波长为256nm。理论板数按洛伐他汀峰计算应不低于40000。

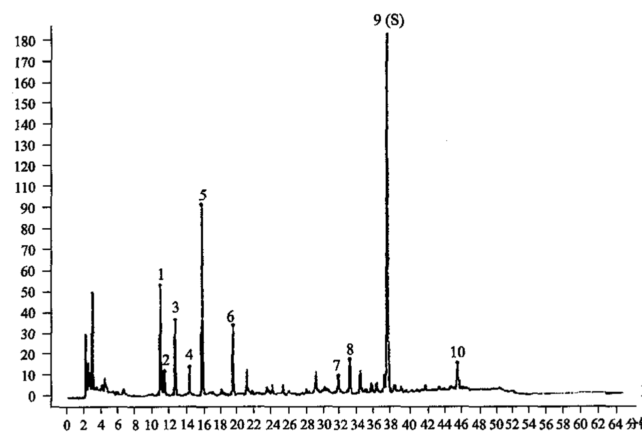
时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～45	25→84	75→16
45～55	84→25	16→75
55～65	25	75

参照物溶液的制备 取洛伐他汀对照品适量，精密称定，加乙腈制成每1ml含1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取1.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙腈10ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用乙腈补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，记录65分钟的色谱图，计算相似度，即得。

供试品指纹图谱中应呈现十个与对照指纹图谱相对应的特征峰，其中与参照物峰保留时间相对应的特征峰为S峰；6号峰与S峰的相对保留时间应为0.45～0.65；经二极管阵列检测器检测，在271nm、281nm处有最大吸收，在293nm处有最大吸收或肩峰。供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于0.85。



对照指纹图谱

峰9：洛伐他汀

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(75∶25)为流动相；检测波长为237nm。理论板数按洛伐他汀峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取洛伐他汀对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入75%乙醇10ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率28kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用75%乙醇补足减失的重量，摇匀，离心(转速为每分钟2000转)5分钟，精密量取上清液3ml，加在中性氧化铝柱(200～300目，4g，内径为0.9cm)上，用甲醇22ml洗脱，收集洗脱液，置25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含红曲以洛伐他汀($C_{24}H_{36}O_5$)计，不得少于2.5mg。

【功能与主治】 化浊降脂，活血化瘀，健脾消食。用于痰阻血瘀所致的高脂血症，症见气短、乏力、头晕、头痛、胸闷、腹胀、食少纳呆；也可用于高脂血症及动脉粥样硬化所致的其他的心脑血管疾病的辅助治疗。

【用法与用量】 口服。一次2粒，一日2次，早晚饭后服用；轻、中度患者一日2粒，晚饭后服用。或遵医嘱。

【注意】 孕妇及哺乳期妇女慎用。饮食宜清淡。

【规格】 每粒装0.3g

【贮藏】 密封。

附：红曲标准

红　曲

本品为曲霉科真菌紫色红曲霉 *Monascus purpureus* Went CGMCC NO.0272菌株，接种于稻米（去皮种仁）上，经人工培养制成。

〔性状〕 本品为暗红色或紫红色至浅红棕色的不规则颗粒或团块，大小不一，质酥脆，易碎，断面红色至粉红色；气微，味淡。

〔鉴别〕 (1)取〔含量测定〕项下的供试品溶液2ml，置10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀。照紫外-可见分光光度法（附录Ⅴ A）测定，在230nm、237nm与246nm的波长处有最大吸收。

(2)取本品粉末1g，置具塞锥形瓶中，加75%乙醇5ml，摇匀，超声处理1小时，离心，取上清液作为供试品溶液。另取红曲对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取洛伐他汀对照品，加75%乙醇制成每1ml含0.8mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-丙酮(4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%磷钼酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

〔检查〕 水分 不得过9.0%（附录Ⅸ H）。

总灰分 不得过2.5%（附录Ⅸ K）。

〔指纹图谱〕 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

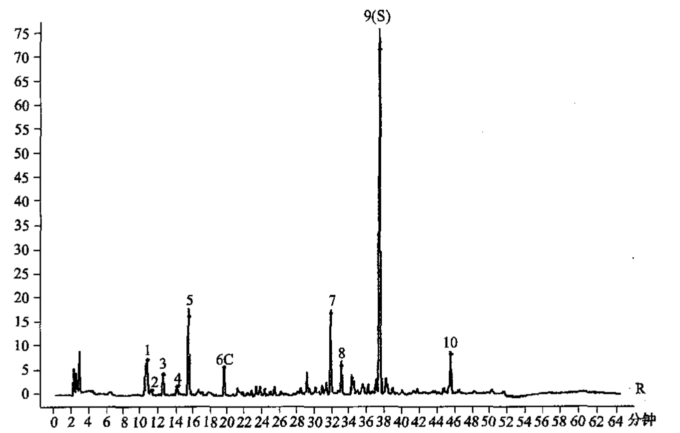
色谱条件与系统适用性试验　同血脂康胶囊〔指纹图谱〕项。

参照物溶液的制备　同血脂康胶囊〔指纹图谱〕项。

供试品溶液的制备　取本品3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙腈10ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用乙腈补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取参照物溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，记录65分钟内的色谱图，计算相似度，即得。

供试品指纹图谱中应呈现十个与对照指纹图谱相对应的特征峰，其中6号峰与S峰的相对保留时间应为0.45～0.65；经二极管阵列检测器检测，在271nm、281nm处应有最大吸收，在293nm处有最大吸收或肩峰。供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于0.85。



对照指纹图谱

峰9：洛伐他汀

〔含量测定〕 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(75：25)为流动相；检测波长为237nm。理论板数按洛伐他汀峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取洛伐他汀对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品粉末约1g，精密称定，置10ml具塞锥形瓶中，精密加入75%乙醇10ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率28kHz）1小时，放冷，再称定重量，用75%乙醇补足减失的重量，摇匀，离心（转速为每分钟2000转）10分钟，精密量取上清液3ml，加在中性氧化铝柱（200～300目，4g，内径为0.9cm）上，用甲醇22ml洗脱，收集洗脱液，置25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含洛伐他汀($C_{24}H_{36}O_5$)不得少于0.22%。

〔贮藏〕 置阴凉干燥处，防蛀。

防风通圣颗粒

Fangfeng Tongsheng Keli

【处方】

防风75.5g	荆芥穗37.8g
薄荷75.5g	麻黄75.5g
大黄75.5g	芒硝75.5g
栀子37.8g	滑石453g
桔梗151g	石膏151g
川芎75.5g	当归75.5g
白芍75.5g	黄芩151g
连翘75.5g	甘草302g
白术(炒)37.8g	

【制法】 以上十七味，防风、荆芥穗、川芎、当归、薄荷、麻黄、连翘加水温浸1～2小时后，蒸馏提取挥发油，挥发油备

用；药渣与其余大黄等十味加水煎煮二次，每次1小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至适量，加入糊精适量，制颗粒，干燥，喷入上述挥发油，混匀，密闭24小时，制成1000g，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气香，味甘、咸、微苦。

【鉴别】 (1)取本品1.5g，研细，置坩埚中，炽灼至完全炭化，放冷，残渣加水5ml，搅拌，滤过。取滤液2ml，加稀醋酸至溶液呈中性后，加乙醇4滴，加醋酸氧铀锌试液1ml，即生成黄色沉淀。另取滤液2ml，加氯化钡试液1滴，即生成白色沉淀，沉淀在盐酸和硝酸中均不溶解。

(2)取本品6g，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水20ml溶解，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，再用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取5-*O*-甲基维斯阿米醇苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液6μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热约3分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品6g，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水10ml溶解，用1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至10，用三氯甲烷振摇提取2次，每次20ml，合并三氯甲烷提取液，低温蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液4～8μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品6g，研细，加盐酸溶液(3→20)10ml，混匀，加三氯甲烷30ml，加热回流1小时，分取三氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲醇-甲酸-水(6：2：0.4：0.1：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点。置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

(5)取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点

(6)取本品15g，研细，加7%硫酸乙醇溶液-水(1：3)的混合溶液40ml，加热回流3小时，放冷，用三氯甲烷振摇提取2次，每次20ml，合并三氯甲烷提取液，用水30ml洗涤，弃去水洗液，三氯甲烷液用铺有无水硫酸钠的漏斗滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取桔梗对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙醚(1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(7)取本品20g，研细，加乙醚100ml，加热回流1小时，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归、川芎对照药材各0.5g，分别同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液20μl、对照药材溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-乙酸乙酯(9：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(8)取本品5g，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水15ml使溶解，用乙醚振摇提取2次，每次15ml，弃去乙醚液，水溶液用稀盐酸调节pH值至1～2，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次10ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5：3：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(9)取本品1.5g，研细，加0.5mol/L盐酸溶液5ml，振摇10分钟，离心，残渣加50%乙醇30ml，用碳酸钠溶液调节pH值至7，加热回流提取1小时，滤过，滤液浓缩至近干，残渣加50%乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材0.3g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15：1：1：2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 **麻黄**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-1%磷酸溶液(6∶94)为流动相;检测波长为207nm。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取盐酸麻黄碱对照品10mg,精密称定,置100ml量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取2ml,置25ml量瓶,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得(每1ml含盐酸麻黄碱8μg)。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品,混匀,取适量,研细,取约5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇50ml,称定重量,超声处理(功率120W,频率40kHz)45分钟,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过。精密量取续滤液5ml,加在中性氧化铝柱(100～200目,2 g,内径为1.5cm)上,用50%甲醇洗脱,收集洗脱液24ml,置25ml量瓶中,加50%甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含麻黄以盐酸麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)计,不得少于0.70 mg。

黄芩　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.4%磷酸溶液(47∶53)为流动相;检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量,精密称定,加70%乙醇制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品,混匀,取适量,研细,取约1g,精密称定,精密加入70%乙醇50ml,称定重量,超声处理(功率120W,频率40kHz)1小时,放冷,再称定重量,用70%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计,不得少于12.0mg。

【功能与主治】 解表通里,清热解毒。用于外寒内热,表里俱实,恶寒壮热,头痛咽干,小便短赤,大便秘结,瘰疬初起,风疹湿疮。

【用法与用量】 口服。一次1袋,一日2次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每袋装3g

【贮藏】 密封。

妇科千金胶囊

Fuke Qianjin Jiaonang

【处方】 千斤拔　金樱根
穿心莲　功劳木
单面针　当归
鸡血藤　党参

【制法】 以上八味,穿心莲粉碎成粗粉,用85%乙醇加热回流提取二次,每次3小时,合并提取液,滤过,滤渣备用,滤液回收乙醇并浓缩;当归粉碎成粗粉,用70%乙醇作溶剂,浸渍96小时后缓缓渗漉,收集渗漉液,药渣备用,渗漉液回收乙醇并浓缩;单面针、功劳木加水煎煮二次,第一次3小时,第二次2.5小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩;其余千斤拔等四味加水煎煮二次,第二次煎煮时加入上述穿心莲和当归的药渣,每次2小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩,与上述三种浓缩液混匀。取五分之四量的混合液,加入适量倍他环糊精和糊精,喷雾干燥成干膏粉,加入剩余的混合液,混匀,制颗粒,干燥,加入适量微粉硅胶,混匀,装入胶囊,制成1000粒,即得。

【性状】 本品为硬胶囊,内容物为棕黄色至棕褐色的粉末和颗粒;气微,味苦。

【鉴别】 (1)取本品内容物2g,加乙醇20ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取穿心莲对照药材0.5g,同法制成对照药材溶液。再取脱水穿心莲内酯对照品、穿心莲内酯对照品,加乙醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各5μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇(4∶3∶0.4)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取本品内容物2.5g,加甲醇30ml,加热回流15分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加2%盐酸溶液20ml使溶解,滤过,滤液用浓氨试液调节pH值至9～10,用二氯甲烷振摇提取2次,每次15ml,合并二氯甲烷提取液,蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取功劳木对照药材0.5g,加甲醇15ml,加热回流15分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品、盐酸巴马汀对照品,加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液15μl、对照药材溶液5μl和对照品溶液3μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(7∶1∶2)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜

色的荧光斑点。

（3）取〔鉴别〕（1）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取当归对照药材1g，加乙醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇2ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（9∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（4）取本品内容物1g，加乙醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，5g，柱内径为1～1.5cm）上，用40%甲醇100ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取党参对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-乙醇-水（15∶3∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ L）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相A，水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为225nm。理论板数按脱水穿心莲内酯峰计算应不低于2000。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～17	45	55
17～40	45→55	55→45

对照品溶液的制备 取穿心莲内酯对照品、脱水穿心莲内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含50μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率200W，频率40kHz）45分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含穿心莲以穿心莲内酯（$C_{20}H_{30}O_5$）和脱水穿心莲内酯（$C_{20}H_{28}O_4$）的总量计，不得少于1.6mg。

【功能与主治】 清热除湿，益气化瘀。用于湿热瘀阻所致的带下病、腹痛，症见带下量多、色黄质稠、臭秽，小腹疼痛，腰骶酸痛，神疲乏力；慢性盆腔炎、子宫内膜炎、慢性宫颈炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次2粒，一日3次，14天为一疗程；温开水送服。

【注意】 孕妇禁用；忌食辛辣。

【规格】 每粒装0.4g

【贮藏】 密封，置阴凉干燥处。

芪苈强心胶囊

Qili Qiangxin Jiaonang

【处方】

黄芪450g	人参225g
黑顺片112.5g	丹参225g
葶苈子150g	泽泻225g
玉竹75g	桂枝90g
红花90g	香加皮180g
陈皮75g	

【制法】 以上十一味，黄芪、葶苈子、泽泻、人参、香加皮加70%乙醇加热回流提取二次，第一次3小时，第二次2小时，提取液滤过，滤液减压回收乙醇，浓缩至相对密度为1.25～1.30（60℃）的稠膏，备用；桂枝、陈皮水蒸气蒸馏提取挥发油，收集挥发油，备用；提油后的水溶液滤过，备用；药渣再加水煎煮1小时，滤过，与备用滤液合并，备用；黑顺片、丹参、玉竹、红花加水煎煮二次，每次2小时，合并煎液，滤过，滤液与桂枝和陈皮的水煎液合并，浓缩至相对密度为1.25～1.30（60℃），加乙醇，使含醇量达70%，在4℃以下静置24小时，滤过，滤液减压回收乙醇，浓缩至相对密度为1.25～1.30（60℃），与上述备用稠膏合并，在65～70℃干燥。干膏粉碎成细粉，加入适量糊精，制颗粒，喷入挥发油，混匀，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕褐色至黑褐色的颗粒；味苦。

【鉴别】 （1）取〔含量测定〕项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Rb_2对照品和人参皂苷Rf对照品，分别加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照〔含量测定〕项下的方法试验，吸取对照品溶液与供试品溶液各5～15μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

（2）取本品内容物2g，加甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干。残渣用水25ml溶解，滤过，滤液用盐酸调节pH值至1～2，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次15ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹参对照药材0.5g，加水30ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，取滤液，自“用盐酸调节pH值至1～2”起，同供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各3～7μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸（5∶5∶5∶

0.8)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁乙醇溶液，加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(3)取〔含量测定〕项下供试品溶液制备项的备用甲醇溶液，浓缩至约2ml，作为供试品溶液。另取香加皮对照药材0.5g，加甲醇10ml，超声处理30分钟，滤过，滤液浓缩至约2ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl，对照药材溶液2～4μl，分别点于同一硅胶GF薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯-冰醋酸(20：3：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品内容物2g，置具塞锥形瓶中，加乙醇20ml，密塞，浸泡20分钟，振摇10分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品，加乙醇制成每1ml含1μl的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10～15μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(17：3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以二硝基苯肼乙醇试液，放置约5分钟，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液，蒸干，残渣加水10ml使溶解，用三氯甲烷振摇提取2次，每次15ml，再用乙酸乙酯15ml振摇提取，乙酸乙酯液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15：40：22：10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，置4℃以下展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **乌头碱限量**　取本品内容物18g，置具塞锥形瓶中，加氨试液10ml，振摇30分钟，加乙醚100ml，密塞，振摇15分钟，放置24小时，分取乙醚液，滤过，用乙醚10ml洗涤滤渣及滤纸，合并乙醚，低温蒸干，残渣用无水乙醇溶解并转移至2ml量瓶中，加乙醇至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取乌头碱对照品，加无水乙醇制成每1ml含1.0mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液12μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-乙醇(6.4：3.6：1)为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点应小于对照品的斑点，或不出现斑点。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(30：70)为流动相；柱温为30℃；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含80μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液20ml(剩余甲醇溶液备用)，蒸干，残渣用3%氢氧化钠溶液20ml溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水洗涤2次，每次25ml，合并水洗液，用水饱和正丁醇20ml振摇提取，合并正丁醇液，蒸干，残渣用70%甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加70%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液5μl与15μl、供试品溶液5～15μl，注入高效液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每粒含黄芪以黄芪甲苷($C_{41}H_{68}O_{14}$)计，不得少于0.12mg。

【功能与主治】 益气温阳，活血通络，利水消肿。用于冠心病、高血压病所致轻、中度充血性心力衰竭证属阳气虚乏，络瘀水停证，症见心慌气短，动则加剧，夜间不能平卧，下肢浮肿，倦怠乏力，小便短少，口唇青紫，畏寒肢冷，咳吐稀白痰。

【用法与用量】 口服。一次4粒，一日3次。

【规格】 每粒装0.3g

【贮藏】 密封。

连花清瘟片

Lianhuaqingwen Pian

【处方】

连翘 255g	金银花 255g
炙麻黄 85g	炒苦杏仁 85g
石膏 255g	板蓝根 255g
绵马贯众 255g	鱼腥草 255g
广藿香 85g	大黄 51g
红景天 85g	薄荷脑 7.5g
甘草 85g	

【制法】 以上十三味，广藿香加水蒸馏提取挥发油，收集挥发油，水提取液滤过，备用；连翘、炙麻黄、鱼腥草、大黄用70%乙醇加热回流提取二次，第一次2小时，第二次1.5小时，提取液滤过，合并，回收乙醇，备用；金银花、石膏、板蓝根、绵马贯众、甘草、红景天加水煎煮至沸，加入炒苦杏仁，煎煮二次，第一次1.5小时，第二次1小时，煎液滤过，滤液合并，加入广藿香提油后备用的水溶液，浓缩至相对密度为1.10～1.15(60℃)，加乙醇使含醇量达70%，在4℃冷藏24小时，滤

过，滤液回收乙醇，与上述连翘等四味的备用醇提取液合并，浓缩至相对密度为 1.15～1.20(60℃)，喷雾干燥，与适量淀粉、糊精及微晶纤维素混合均匀，加乙醇制颗粒，在 60℃烘干，将薄荷脑和广藿香挥发油加入到二氧化硅及微晶纤维素中，混匀，与上述颗粒混匀，密闭 30 分钟，压制成 1000 片，包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去薄膜衣后显黄棕色至棕褐色；气微香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品 6 片，研细，加甲醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水 10ml 溶解，转移至分液漏斗中，用乙醚振摇提取 2 次，每次 10ml，再用水饱和的正丁醇 10ml 振摇提取，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取金银花对照药材 0.5g，加甲醇 8ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取绿原酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各 4～8μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水(14：5：5)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相对应的位置上，至少显两个相同颜色的荧光斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1g，加甲醇 8ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 4～8μl、对照药材溶液 4μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：6：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(3)取本品 8 片，研细，加乙醇 10ml，超声处理 10 分钟，静置，上清液作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.5g，加甲醇 3ml，同法制成对照药材溶液。再取鱼腥草对照药材 0.5g，加甲醇 5ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各 4～8μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与大黄对照药材色谱相应的位置上，至少显两个相同的橙黄色荧光斑点；在与鱼腥草对照药材色谱相应的位置上，至少显三个相同颜色的荧光主斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 5～10μl，对照品溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(20：4：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品 4 片，研细，加石油醚(60～90℃)5ml，振摇 2 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取薄荷脑对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 4～8μl、对照品溶液 2μl 分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相对应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **山银花** 取本品 10 片，研细，加甲醇 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 30ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次，每次 30ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 4μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(6：4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录 Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(22：78)为流动相；检测波长为 205nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于 3500。

对照品溶液的制备 取连翘苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 4μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 10 片，精密称定，研细，取 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 20ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250W，频率 40kHz)20 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，加在中性氧化铝柱(100～200 目，3g，柱内径为 1cm)上，用水洗脱，收集洗脱液于 25ml 量瓶中并至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含连翘以连翘苷($C_{27}H_{34}O_{11}$)计，不得少于 0.17mg。

【功能主治】 清瘟解毒，宣肺泄热。用于治疗流行性感冒属热毒袭肺证，症见发热，恶寒，肌肉酸痛，鼻塞流涕，咳嗽，头痛，咽干咽痛，舌偏红，苔黄或黄腻。

【用法用量】 口服。一次 4 片，一日 3 次。

【规格】 每片重 0.35g

【贮藏】 密封，置阴凉处。

连花清瘟胶囊

Lianhuaqingwen Jiaonang

【处方】 连翘 255g　金银花 255g
炙麻黄 85g　炒苦杏仁 85g
石膏 255g　板蓝根 255g
绵马贯众 255g　鱼腥草 255g
广藿香 85g　大黄 51g
红景天 85g　薄荷脑 7.5g
甘草 85g

【制法】 以上十三味，广藿香加水蒸馏提取挥发油，收集挥发油，水提取液滤过，备用；连翘、炙麻黄、鱼腥草、大黄用70%乙醇提取二次，第一次 2 小时，第二次 1.5 小时，提取液滤过，合并，回收乙醇、备用；金银花、石膏、板蓝根、绵马贯众、甘草、红景天加水煎煮至沸，加入炒苦杏仁，煎煮二次，第一次 1.5 小时，第二次 1 小时，煎液滤过，滤液合并，加入广藿香提油后备用的水溶液，浓缩至相对密度为 1.10～1.15(60℃)，加乙醇使含醇量达 70%，在 4℃冷藏 24 小时，滤过，滤液回收乙醇，与上述连翘等四味的备用醇提取液合并，浓缩至相对密度为 1.15～1.20(60℃)，喷雾干燥，与适量淀粉混匀，制成颗粒，干燥，过筛，筛出适量细粉，将薄荷脑、广藿香挥发油用适量乙醇溶解，喷入细粉中，混匀，与上述颗粒混匀，密闭 30 分钟，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕黄色至黄褐色的颗粒和粉末；气微香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品内容物 2g，加甲醇 10ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水 10ml 溶解，转移至分液漏斗中，用乙醚振摇提取 2 次，每次 10ml，再用水饱和的正丁醇 10ml 振摇提取，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取金银花对照药材 0.5g，加甲醇 8ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取绿原酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各 4～8μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水(14：5：5)的上层液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相对应的位置上，至少显两个相同颜色的荧光斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1g，加甲醇 8ml，超声处理 10 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 4～8μl、对照药材溶液 4μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：6：2)10℃以下放置的下层液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(3)取本品内容物 3g，加乙醇 10ml，超声处理 10 分钟，静置，上清液作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.5g，加甲醇 3ml，同法制成对照药材溶液。再取鱼腥草对照药材 0.5g，加甲醇 5ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各 4～8μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与大黄对照药材色谱相应的位置上，至少显两个相同的橙黄色荧光斑点；在与鱼腥草对照药材色谱相应的位置上，至少显三个相同颜色的荧光主斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 5～10ul、对照品溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(20：4：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品内容物 1.5g，加石油醚(60～90℃)5ml，振摇 2 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取薄荷脑对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 4～8μl、对照品溶液 4μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相对应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **山银花**　取本品内容物 3.5g，加甲醇 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 30ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次，每次 30ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 4μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(6：4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录 Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(22：78)为流动相；检测波长为 205nm；理论板数按连翘苷峰计算应不低于 3500。

对照品溶液的制备　取连翘苷对照品适量，精密称定，

加50%甲醇制成每1ml含4μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，研细，取0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，加在中性氧化铝柱(100～200目，3g，内径为1cm)上，用水洗脱，收集洗脱液于25ml量瓶中并至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含连翘以连翘苷($C_{27}H_{34}O_{11}$)计，不得少于0.17mg。

【功能与主治】　清瘟解毒，宣肺泄热。用于治疗流行性感冒属热毒袭肺证，症见发热，恶寒，肌肉酸痛，鼻塞流涕，咳嗽，头痛，咽干咽痛，舌偏红，苔黄或黄腻。

【用法与用量】　口服。一次4粒，一日3次。

【注意】　风寒感冒者慎服。

【规格】　每粒装0.35g

【贮藏】　密封，置阴凉处。

连花清瘟颗粒

Lianhuaqingwen Keli

【处方】

连翘170g	金银花170g
炙麻黄57g	炒苦杏仁57g
石膏170g	板蓝根170g
绵马贯众170g	鱼腥草170g
广藿香57g	大黄34g
红景天57g	薄荷脑5.0g
甘草57g	

【制法】　以上十三味，广藿香加水蒸馏提取挥发油，收集挥发油，水提取液滤过，备用；连翘、炙麻黄、鱼腥草、大黄用70%乙醇加热回流提取二次，第一次2小时，第二次1.5小时，提取液滤过，合并，回收乙醇，备用；金银花、石膏、板蓝根、绵马贯众、甘草、红景天加水煎煮至沸，加入炒苦杏仁，煎煮二次，第一次1.5小时，第二次1小时，煎液滤过，滤液合并，加入广藿香提油后备用的水溶液，浓缩至相对密度为1.10～1.15(60℃)，加乙醇使含醇量达70%，在4℃冷藏24小时，滤过，滤液回收乙醇，与上述连翘等四味的备用醇提取液合并，浓缩至相对密度为1.25～1.35(60℃)，加入糖粉和糊精，混合均匀，制颗粒，干燥，过筛，筛出适量细粉，将薄荷脑、广藿香挥发油用适量乙醇溶解，喷入细粉中，混匀，与上述颗粒混匀，密闭30分钟，制成1000g，即得。

【性状】　本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气微香，味微苦。

【鉴别】　(1)取本品6g，研细，加甲醇10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水10ml溶解，转移至分液漏斗中，用乙醚振摇提取2次，每次10ml，再用水饱和的正丁醇10ml振摇提取，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取金银花对照药材0.5g，加甲醇8ml，超声处理10分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取绿原酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各4～8μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水(14：5：5)的上层液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相对应的位置上，至少显两个相同颜色的荧光斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，加甲醇8ml，超声处理10分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液4～8μl、对照药材溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：6：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(3)取本品12g，研细，加乙醇10ml，超声处理10分钟，静置，上清液作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.5g，加甲醇3ml，同法制成对照药材溶液。再取鱼腥草对照药材0.5g，加甲醇5ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各4～8μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与大黄对照药材色谱相应的位置上，至少显两个相同的橙黄色荧光斑点；在与鱼腥草对照药材色谱相应的位置上，至少显三个相同颜色的荧光主斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(20：4：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品6g，研细，加石油醚(60～90℃)5ml，振摇2分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取薄荷脑对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液4～8μl、对照品溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%香草醛

硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相对应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **山银花** 取本品 6g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 30ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤 2 次，每次 30ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 4μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(6：4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的斑点。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录 Ⅰ C)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录 Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(22：78)为流动相；检测波长为 205nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于 3500。

对照品溶液的制备 取连翘苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 4μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250W，频率 40kHz)30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，加在中性氧化铝柱(100～200 目，3g，内径 1cm)上，用水洗脱，收集洗脱液于 25ml 量瓶中并至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入高效液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含连翘以连翘苷($C_{27}H_{34}O_{11}$)计，不得少于 0.69mg。

【功能主治】 清瘟解毒，宣肺泄热。用于治疗流行性感冒属热毒袭肺证，症见发热，恶寒，肌肉酸痛，鼻塞流涕，咳嗽，头痛，咽干咽痛，舌偏红，苔黄或黄腻。

【用法用量】 口服。一次 6g，一日 3 次。

【规格】 每袋装 6g

【贮藏】 密封，置阴凉处。

护肝胶囊

Hugan Jiaonang

【处方】

柴胡 313g	茵陈 313g
板蓝根 313g	五味子 168g
猪胆粉 20g	绿豆 128g

【制法】 以上六味，绿豆粉碎成细粉；柴胡、茵陈、板蓝根加水煎煮二次，每次 2 小时，煎液滤过，滤液合并，静置 48 小时，取上清液，浓缩至相对密度为 1.26～1.28(80℃)，与绿豆粉 101g 混合，减压干燥，粉碎成细粉；五味子粉碎成粗粉，用 75%乙醇回流提取三次，第一次 3 小时，第二次 2 小时，第三次 1 小时，提取液合并，静置 24 小时，取上清液，回收乙醇并浓缩至适量，与剩余的绿豆粉混匀，减压干燥，粉碎成细粉，与猪胆粉、上述细粉和适量辅料混匀，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕色至褐色的粉末；味苦。

【鉴别】 (1)取本品内容物 1.4g，研细，加水饱和的正丁醇 30ml，放置过夜，超声处理 30 分钟，滤过，滤液用氨试液 15ml 洗涤，再用正丁醇饱和的水洗涤 2 次，每次 10ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取柴胡对照药材 0.5g，加水 30ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 15ml，合并正丁醇提取液，自"用氨试液 15ml 洗涤"起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 3～8μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-乙醇-水(8：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%对二甲氨基苯甲醛的 40%硫酸乙醇溶液，在 60℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的主斑点；紫外光下显相同颜色的荧光主斑点。

(2)取本品内容物 2.1g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，通过 D101 型大孔吸附树脂柱(柱内径 1.5cm，柱高 12cm)，用水 150ml 洗脱，弃去水洗液，再用 20%乙醇 100ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取绿原酸对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 1μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上使成条状，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(1：15：1：1：6)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品内容物 2.5g，研细，加正己烷 50ml，冷浸过夜，于 80～85℃加热回流 2 小时，滤过，滤渣备用，滤液低温蒸干，残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取五味子对照药材 1g，加正己烷 25ml，同法制成对照药材溶液。再取五味子醇甲对照品、五味子甲素对照品和五味子乙素对照品，加甲醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(14：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的

斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下备用的滤渣0.5g,挥干,加10%氢氧化钠溶液5ml,在120℃水解4小时,冷却后用盐酸调节pH值至2～3,转移至离心管中,用水洗涤容器,洗液并入离心管中,离心,取上清液,用乙酸乙酯20ml振摇提取,提取液蒸干,残渣加乙醇5ml使溶解,作为供试品溶液。另取猪去氧胆酸对照品,加乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以异辛烷-乙醚-正丁醇-冰醋酸-水(10:5:3:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用ACQUITY UPLC HSS T3(柱长为100mm,内径为2.1mm,粒径1.8μm)色谱柱;以乙腈为流动相A,以水为流动相B,按下表中的规定进行梯度洗脱;流速为每分钟0.4ml;检测波长为250nm;柱温为40℃。理论板数按五味子乙素峰计算应不低于150000。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～3	45	55
3～15	45→80	55→20

对照品溶液的制备 取五味子醇甲对照品、五味子甲素对照品和五味子乙素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含五味子醇甲80μg、五味子甲素20μg、五味子乙素50μg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物,混匀,研细,取约0.7g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入水饱和的乙酸乙酯25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率500W,频率59kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用乙酸乙酯补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液15ml,蒸干,残渣用甲醇溶解并转移至5ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含五味子以五味子醇甲($C_{24}H_{32}O_7$)计,不得少于0.28mg;以五味子甲素($C_{24}H_{32}O_6$)计,不得少于0.05mg;以五味子乙素($C_{23}H_{28}O_6$)计,不得少于0.15mg。

【功能与主治】 疏肝理气,健脾消食。具有降低转氨酶作用。用于慢性肝炎及早期肝硬化。

【用法与用量】 口服。一次4粒,一日3次。

【规格】 每粒装0.35g

【贮藏】 密封。

护肝颗粒

Hugan Keli

【处方】 柴胡626g 茵陈626g
板蓝根626g 五味子336g
猪胆粉40g 绿豆256g

【制法】 以上六味,绿豆粉碎成细粉;柴胡、茵陈、板蓝根加水煎煮二次,每次2小时,煎液滤过,滤液合并,静置48小时,取上清液,减压浓缩至相对密度为1.30(80℃),与绿豆粉202g混合,减压干燥,粉碎成细粉;五味子粉碎成粗粉,用75%乙醇回流提取三次,第一次3小时,第二次2小时,第三次1小时,提取液合并,静置24小时,取上清液,回收乙醇并浓缩至适量,与剩余的绿豆粉混匀,减压干燥,粉碎成细粉,与猪胆粉、上述细粉和适量的糊精及甜菊素混匀,制成颗粒,干燥,制成1000g,即得。

【性状】 本品为深棕色至棕褐色的颗粒;味苦、微酸、微甜。

【鉴别】 (1)取本品2g,研细,加水饱和的正丁醇30ml,放置过夜,超声处理30分钟,滤过,滤液用氨试液15ml洗涤,再用正丁醇饱和的水洗涤2次,每次10ml,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取柴胡对照药材0.5g,加水30ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次15ml,合并正丁醇提取液,自“用氨试液15ml洗涤”起,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各3～8μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-乙醇-水(8:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以2%对二甲氨基苯甲醛的40%硫酸乙醇溶液,在60℃加热至斑点显色清晰,分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,日光下显相同颜色的主斑点;紫外光下显相同颜色的荧光主斑点。

(2)取本品3g,研细,加甲醇20ml,超声处理15分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水10ml使溶解,通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.5cm,柱高12cm),用水150ml洗脱,弃去水洗液,再用20%乙醇100ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取绿原酸对照品,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各1μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上使成条状,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(1:15:1:1:6)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品3.5g,研细,加正己烷50ml,冷浸过夜,于80～85℃加热回流2小时,滤过,滤渣备用,滤液低温蒸干,残渣加

乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取五味子对照药材1g，加正己烷25ml，同法制成对照药材溶液。再取五味子醇甲对照品、五味子甲素对照品和五味子乙素对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上，以石油醚（30～60℃）-甲酸乙酯-甲酸（14：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取〔鉴别〕（3）项下备用的滤渣0.8g，挥干，加10%氢氧化钠溶液5ml，在120℃水解4小时，冷却后用盐酸调节pH值至2～3，转移至离心管中，用水洗涤容器，洗液并入离心管中，离心，取上清液，用乙酸乙酯20ml振摇提取，提取液蒸干，残渣加乙醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取猪去氧胆酸对照品，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以异辛烷-乙醚-正丁醇-冰醋酸-水（10：5：3：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用 ACQUITY UPLC HSS T3（柱长为100mm，内径为2.1mm，粒径为1.8μm）色谱柱；以乙腈为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.4ml；检测波长为250nm；柱温为40℃。理论板数按五味子乙素峰计算应不低于150000。

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～3	45	55
3～15	45→80	55→20

对照品溶液的制备 取五味子醇甲对照品、五味子甲素对照品和五味子乙素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含五味子醇甲80μg、五味子甲素20μg、五味子乙素50μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水饱和的乙酸乙酯25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率500W，频率59kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用乙酸乙酯补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液15ml，蒸干，残渣用甲醇溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含五味子以五味子醇甲（$C_{24}H_{32}O_7$）计，不得少于1.12mg；以五味子甲素（$C_{24}H_{32}O_6$）计，不得少于0.20mg；以五味子乙素（$C_{23}H_{28}O_6$）计，不得少于0.60mg。

【功能与主治】 疏肝理气，健脾消食。具有降低转氨酶作用。用于慢性肝炎及早期肝硬化。

【用法与用量】 口服。一次2g，一日3次。

【规格】 每袋装2g

【贮藏】 密封。

补中益气颗粒

Buzhong Yiqi Keli

【处方】 炙黄芪557g　党参166.5g
炙甘草277g　当归166.5g
炒白术166.5g　升麻166.5g
柴胡166.5g　陈皮166.5g
生姜57g　大枣110g

【制法】 以上十味，加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.07～1.09（80℃），加入等量乙醇，搅匀，静置24小时，滤过，滤液回收乙醇并浓缩至相对密度为1.08～1.10（70℃），喷雾干燥，干膏粉加入糊精适量，制粒，制成1000g，即得。

【性状】 本品为棕色的颗粒；味甜、微苦、辛。

【鉴别】 （1）取本品2g，研细，加甲醇20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（15：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点；紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

（2）取本品1g，研细，加甲醇20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液5μl、对照品溶液3μl，分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（100：17：13）为展开剂，展开，展距约3cm，取出，晾干，再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水（20：10：1：1）的上层溶液为展开剂，展开，展距约8cm，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在105℃加热数分钟，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品6g,研细,加甲醇50ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水50ml使溶解,用乙醚振摇提取2次,每次30ml,合并乙醚提取液,挥散溶剂至0.5ml,作为供试品溶液。另取当归对照药材1g,加水50ml,加热回流提取30分钟,滤过,取滤液,自"用乙醚振摇提取2次"起,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(35∶65)为流动相;用蒸发光散射检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品,混匀,研细,取8g,精密称定,精密加入甲醇100ml,称定重量,加热回流1小时,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液50ml,蒸干,残渣加水25ml使溶解,用乙醚振摇提取2次,每次25ml,弃去乙醚液,再用水饱和的正丁醇振摇提取提5次(30ml,30ml,20ml,20ml,20ml),合并正丁醇提取液,用氨试液洗涤3次,每次40ml,弃去氨洗液,正丁醇液回收溶剂至干,残渣用甲醇溶解并转移至2ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,取得。

测定法 精密吸取对照品溶液5μl与20μl、供试品溶液20μl,注入液相色谱仪,测定,以外标两点法对数方程计算,即得。

本品每袋含炙黄芪以黄芪甲苷($C_{41}H_{68}O_{14}$)计,不得少于0.30mg。

【功能与主治】 补中益气,升阳举陷。用于脾胃虚弱、中气下陷所致的泄泻、脱肛、阴挺,症见体倦乏力、食少腹胀、便溏久泻、肛门下坠或脱肛、子宫脱垂。

【用法与用量】 口服。一次3g,一日2～3次。

【规格】 每袋装3g

【贮藏】 密封,置阴凉干燥处

附子理中片

Fuzi Lizhong Pian

【处方】 附子(制)67g 党参133g
炒白术100g 干姜67g
甘草67g

【制法】 以上五味,附子粉碎成细粉;党参、甘草加水煎煮二次,每次2小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩成稠膏;白术、干姜粉碎成粗粉,用60%乙醇作溶剂,进行渗漉,收集渗漉液,回收乙醇,浓缩成稠膏,与上述细粉和稠膏混匀,干燥,粉碎成细粉,制颗粒,加入1%硬脂酸镁,混匀,压制成1000片,包糖衣,即得。

【性状】 本品为糖衣片,除去糖衣后显棕褐色;气微,味微甜而辛辣。

【鉴别】 (1)取本品30片,除去糖衣,研细,加甲醇40ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次30ml,合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的水洗涤2次,每次20ml,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g,加甲醇20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13∶6∶2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取干姜对照药材1g,加甲醇20ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次30ml,合并正丁醇提取液,用正丁醇饱和的水洗涤2次,每次20ml,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各3～5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 **乌头碱限量** 取本品40片,除去糖衣,研细,加氨试液4ml,拌匀,放置2小时,加乙醚60ml,振摇1小时,放置24小时,滤过,滤液蒸干,残渣用无水乙醇溶解使成1.0ml,作为供试品溶液。取乌头碱对照品适量,加无水乙醇制成每1ml含1.0mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,精密吸取供试品溶液12μl、对照品溶液5μl,分别点于同一高效硅胶G薄层板上,以甲苯-二氯甲烷-甲醇-浓氨试液(4∶4∶1∶0.1)为展开剂,预平衡15分钟,展开,展距约17cm,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点应小于对照品斑点,或不出现斑点。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.2mol/L醋酸铵溶液-冰醋酸(56∶43∶1)为流动相;检测波长为250nm。理论板数按甘草酸峰计算应

不低于 2500。

对照品溶液的制备　取甘草酸铵对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 0.15mg 的溶液（相当于每 1ml 含甘草酸 0.1470mg），即得。

供试品溶液的制备　取本品 20 片，除去糖衣，精密称定，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入流动相 25ml，密塞，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用流动相补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液 10μl 与供试品溶液 10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含甘草以甘草酸（$C_{42}H_{62}O_{16}$）计，不得少于 0.53mg。

【功能与主治】　温中健脾，用于脾胃虚寒，脘腹冷痛，呕吐泄泻，手足不温。

【用法与用量】　口服。一次 6～8 片，一日 1～3 次。

【注意】　孕妇慎用。

【规格】　片心重 0.25g

【贮藏】　密封。

附桂骨痛片
Fugui Gutong Pian

【处方】　附子（制）222g　　制川乌 111g
肉桂 56g　　党参 167g
当归 167g　　炒白芍 167g
淫羊藿 167g　　醋乳香 111g

【制法】　以上八味，肉桂粉碎成细粉；其余附子等七味加水煎煮二次，每次 1 小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至适量，与肉桂细粉混匀，在 80℃以下干燥，粉碎，加入适量淀粉，混匀，制颗粒，压制成 1000 片，包糖衣，即得。

【性状】　本品为糖衣片，除去糖衣后显棕褐色至褐色；气微香，味微苦。

【鉴别】　（1）取本品，置显微镜下观察：纤维多碎断，完整者长梭形，大多单个散在，直径 24～50μm，壁厚，纹孔不明显；石细胞类方形或类圆形，直径 32～88μm，壁一面菲薄（肉桂）。

（2）照附子和制川乌含量测定项下的方法试验，供试品色谱中应呈现与苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱和苯甲酰次乌头原碱对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

（3）取本品 10 片，除去糖衣，研细，置圆底烧瓶中，加入盐酸溶液（3→100）150ml，连接挥发油测定器，自测定器上端加水至充满测定器的刻度部分并溢流入烧瓶时为止，再加入乙酸乙酯 2ml，加热回流提取 3 小时，放冷，分取乙酸乙酯层，加乙酸乙酯至 2ml，混匀，作为供试品溶液。另取乳香对照药材 0.2g，加无水乙醇 1ml，超声处理 10 分钟，静置，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 6～10μl、对照药材溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙醚（20：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以含 2%对二甲氨基苯甲醛的 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取〔鉴别〕（3）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1μl 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 1μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（17：3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以二硝基苯肼乙醇试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品 5 片，除去糖衣，研细，加乙醇 20ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 15ml，加热使溶解，用脱脂棉滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙酸乙酯提取液，备用；水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水洗涤 2 次，每次 20ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 2～5μl、对照品溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15：40：22：10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（6）取〔鉴别〕（5）项下的备用乙酸乙酯液，蒸干，残渣用 2%碳酸钠溶液 10ml 溶解，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 10ml，合并乙酸乙酯提取液，用水 15ml 洗涤，乙酸乙酯液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 2～5μl、对照品溶液 5μl，分别点于同一硅胶 H 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水（10：1：4：0.1：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%三氯化铝乙醇溶液，在 105℃加热约 1 分钟，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】　**双酯型生物碱**　取本品 10 片，除去糖衣，精密称定，研细，称取 4 片的量，置具塞锥形瓶中，加乙腈-浓氨试液（90：10）的混合溶液 25ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液于 40℃以下减压回收溶剂至干，残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml 使溶解，滤过，滤液加在固相萃取柱（以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，150mg 或 200mg，容量为 6ml，预先依次用乙腈、水各 6ml 洗脱）上，依次以 0.1mol/L 盐酸溶液、甲醇、乙腈各 5ml 洗脱，待洗脱液流尽后，放置 5 分钟，继用乙

腈-浓氨试液(90∶10)的混合溶液10ml洗脱,收集洗脱液,于40℃以下减压回收溶剂至干,残渣精密加入乙腈-0.1%磷酸溶液(30:70)的混合溶液3ml使溶解,滤过,取续滤液作为供试品溶液。另取新乌头碱对照品、次乌头碱对照品、乌头碱对照品适量,精密称定,分别加乙腈制成每1ml含0.2mg的溶液,作为对照品贮备液,精密量取上述三种对照品贮备液各5ml,置50ml量瓶中,加0.1%磷酸溶液至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)试验,以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-四氢呋喃(25∶15)为流动相A,以(含0.1%磷酸)的0.03mol/L磷酸二氢钾溶液为流动相B;按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为232nm;理论板数按乌头碱峰计算应不低于60000。精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～38	15→26	85→74
38～39	26→35	74→65
39～49	35	65

供试品色谱中,与三种对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰的峰面积之和不得大于乌头碱对照品色谱峰的峰面积。

其他 应符合片剂项下的有关各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 **附子 制川乌** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%磷酸溶液(22∶78)为流动相;检测波长为232nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于10000。

对照品溶液的制备 取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品适量,精密称定,加乙腈制成每1ml含苯甲酰新乌头原碱40μg、苯甲酰乌头原碱16μg和苯甲酰次乌头原碱40μg的混合溶液,作为对照品贮备液,精密量取对照品贮备液5ml,置25ml量瓶中,加0.1%磷酸溶液至刻度,摇匀,即得。

供试品溶液的制备 取本品10片,除去糖衣,精密称定,研细,取适量(约1片的量),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入0.1mol/L盐酸溶液25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率400W,频率40kHz)40分钟并时振摇,放冷,再称定重量,用0.1mol/L盐酸溶液补足减失的重量,摇匀,离心(转速为每分钟5000转)30分钟,滤过,精密量取续滤液10ml,加在固相萃取柱(以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂,150mg或200mg,容量为6ml,预先依次用乙腈、水各6ml洗脱)上,依次以水3ml、氨溶液(5→100)、水、甲醇、乙腈各5ml洗脱,待洗脱液流尽后,放置5分钟,继用乙腈-浓氨试液(90∶10)的混合溶液10ml洗脱,收集洗脱液,于40℃以下减压回收溶剂至干,残渣精密加入乙腈-0.1%磷酸溶液(20∶80)的混合溶液5ml使溶解,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含附子和制川乌以苯甲酰新乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_{10}$)、苯甲酰乌头原碱($C_{32}H_{45}NO_{10}$)和苯甲酰次乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_{9}$)的总量计,应为70～610μg。

炒白芍 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(13∶87)为流动相;检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于10000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品10片,除去糖衣,精密称定,研细,取适量(约1片的量),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率400W,频率40kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含炒白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计,不得少于0.60mg。

【功能与主治】 温阳散寒,益气活血,消肿止痛。用于阳虚寒湿所致的颈椎及膝关节增生性关节炎。症见骨关节疼痛、屈伸不利、麻木肿胀、遇热则减、畏寒肢冷。

【用法与用量】 口服。一次6片,一日3次,饭后服。疗程3个月;如需继续治疗,必须停药一个月后遵医嘱服用。

【注意】 (1)服药后少数可见胃脘不舒,停药后可自行消除。(2)服药期间注意血压变化。(3)高血压,严重消化道疾病慎用。(4)孕妇及有出血倾向者,阴虚内热者禁用。

【规格】 片心重0.33g

【贮藏】 密封。

附桂骨痛胶囊

Fugui Gutong Jiaonang

【处方】

附子(制)222g	制川乌111g
肉桂56g	党参167g
当归167g	炒白芍167g
淫羊藿167g	醋乳香111g

【制法】 以上八味,肉桂粉碎成细粉;其余附子等七味加水煎煮二次,每次1小时,煎液滤过,滤液合并,浓缩至相对密度为1.15～1.20(80℃)的清膏,喷雾干燥,取干膏粉,加入肉桂细粉和适量辅料,混匀;或将附子等七味的滤液浓缩成稠膏状,与肉桂细粉混匀,在80℃以下减压干燥,粉碎成细粉,加

入适量辅料，混匀；或将附子等七味的滤液浓缩成稠膏状，在80℃以下减压干燥，粉碎，与肉桂细粉和适量辅料混匀，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为黄棕色至棕褐色的粉末；气微香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：纤维多碎断，完整者长梭形，大多单个散在，直径24～50μm，壁厚，纹孔不明显；石细胞类方形或类圆形，直径32～88μm，壁一面菲薄(肉桂)。

(2)照附子和制川乌含量测定项下的方法试验，供试品色谱中应呈现与苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头碱和苯甲酰次乌头原碱对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

(3)取本品内容物6g，置圆底烧瓶中，加入盐酸溶液(3→100)150ml，连接挥发油测定器，自测定器上端加水至充满测定器的刻度部分并溢流入烧瓶时为止，再加入乙酸乙酯2ml，加热回流提取3小时，放冷，分取乙酸乙酯层，加乙酸乙酯至2ml，混匀，作为供试品溶液。另取乳香对照药材0.2g，加无水乙醇1ml，超声处理10分钟，静置，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液6～10μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙醚(20：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以含2%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品，加甲醇制成每1ml含1μl的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液1μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(17：3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以二硝基苯肼乙醇试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品相应位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品内容物1.5g，加乙醇20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水15ml，加热使溶解，用脱脂棉滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，备用；水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水洗涤2次，每次20ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～5μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15：40：22：10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(6)取〔鉴别〕(5)项下的备用乙酸乙酯液，蒸干，残渣用2%碳酸钠溶液10ml溶解，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次10ml，合并乙酸乙酯提取液，用水15ml洗涤，乙酸乙酯液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～5μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶H薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水(10：1：4：0.1：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，在105℃加热约1分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **双酯型生物碱** 取本品内容物适量，混匀，取1.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加乙腈-浓氨试液(90：10)的混合溶液25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液于40℃以下减压回收溶剂至干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液10ml使溶解，滤过，滤液加在固相萃取柱(以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，150mg或200mg，容量为6ml，预先依次用乙腈、水各6ml洗脱)上，依次以0.1mol/L盐酸溶液、甲醇、乙腈各5ml洗脱，弃去洗脱液，放置5分钟，继用乙腈-浓氨试液(90：10)的混合溶液10ml洗脱，收集洗脱液，于40℃以下减压回收溶剂至干，残渣精密加入乙腈-0.1%磷酸溶液(30：70)的混合溶液3ml使溶解，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取新乌头碱对照品、次乌头碱对照品、乌头碱对照品适量，精密称定，分别加乙腈制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品贮备液。精密量取上述三种对照品贮备液各5ml，置50ml量瓶中，加0.1%磷酸溶液至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-四氢呋喃(25：15)为流动相A，以含0.1%磷酸的0.03mol/L磷酸二氢钾溶液为流动相B；按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为232nm；理论板数按乌头碱峰计算应不低于60000。精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～38	15→26	85→74
38～39	26→35	74→65
39～49	35	65

供试品色谱中，与三种对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰的峰面积之和不得大于乌头碱对照品色谱峰的峰面积。

其他 应符合胶囊剂项下的有关各项规定(附录ⅠL)。

【含量测定】 **附子　制川乌** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(22：78)为流动相；检测波

长为232nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于10000。

对照品溶液的制备　取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品适量，精密称定，加乙腈制成每1ml含苯甲酰新乌头原碱40μg、苯甲酰乌头原碱16μg和苯甲酰次乌头原碱40μg的混合溶液，作为对照品贮备液。精密量取对照品贮备液5ml，置25ml量瓶中，加0.1%磷酸溶液至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，取约0.7g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入0.1mol/L盐酸溶液25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率400W，频率40kHz）40分钟并时时振摇，放冷，再称定重量，用0.1mol/L盐酸溶液补足减失的重量，摇匀，离心（转速为每分钟5000转）30分钟，滤过，精密量取续滤液10ml，加在固相萃取柱（以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，150mg或200mg，容量为6ml，预先依次用乙腈、水各6ml洗脱）上，依次以水3ml、氨溶液（5→100）、水、甲醇、乙腈各5ml洗脱，待洗脱液流尽后，放置5分钟，继用乙腈-浓氨试液（90：10）的混合溶液10ml洗脱，收集洗脱液，于40℃以下减压回收溶剂至干，残渣精密加入乙腈-0.1%磷酸溶液（20：80）的混合溶液5ml使溶解，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含附子和制川乌以苯甲酰新乌头原碱（$C_{31}H_{43}NO_{10}$）、苯甲酰乌头原碱（$C_{32}H_{45}NO_{10}$）和苯甲酰次乌头原碱（$C_{31}H_{43}NO_9$）的总量计，应为70～610μg。

炒白芍　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（13：87）为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于10000。

对照品溶液的制备　取芍药苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下本品的内容物，混匀，取约0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率400W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含炒白芍以芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）计，不得少于0.60mg。

【功能与主治】 温阳散寒，益气活血，消肿止痛。用于阳虚寒湿所致的颈椎及膝关节增生性关节炎。症见骨关节疼痛、屈伸不利、麻木肿胀、遇热则减、畏寒肢冷。

【用法与用量】 口服。一次6粒（或4～6粒），一日3次，饭后服。疗程3个月；如需继续治疗，必须停药一个月后遵医嘱服用。

【注意】 （1）服药后少数可见胃脘不舒，停药后可自行消除。（2）服药期间注意血压变化。（3）高血压，严重消化道疾病慎用。（4）孕妇及有出血倾向者，阴虚内热者禁用。

【规格】 每粒装0.33g

【贮藏】 密封。

附桂骨痛颗粒

Fugui Gutong Keli

【处方】

附子（制）266g	制川乌133g
肉桂67g	党参200g
当归200g	炒白芍200g
淫羊藿200g	醋乳香133g

【制法】 以上八味，肉桂粉碎成细粉；其余附子等七味加水煎煮二次，每次1小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至适量，加入肉桂细粉和适量辅料，混匀，制颗粒，干燥，制成1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微香，味微苦。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：纤维多碎断，完整者长梭形，大多单个散在，直径24～50μm，壁厚，纹孔不明显；石细胞类方形或类圆形，直径32～88μm，壁一面菲薄（肉桂）。

（2）照附子和制川乌含量测定项下的方法试验，供试品色谱中应呈现与苯甲酰新乌头原碱、苯甲酰乌头原碱和苯甲酰次乌头原碱对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

（3）取本品8g，置圆底烧瓶中，加入盐酸溶液（3→100）150ml，连接挥发油测定器，自测定器上端加水至充满测定器的刻度部分并溢流入烧瓶时为止，再加入乙酸乙酯2ml，加热回流提取3小时，放冷，分取乙酸乙酯层，加乙酸乙酯至2ml，混匀，作为供试品溶液。另取乳香对照药材0.2g，加无水乙醇1ml，超声处理10分钟，静置，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液6～10μl，对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙醚（20：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以含2%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取〔鉴别〕（3）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品，加甲醇制成每1ml含1μl的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液1μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（17：3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以二硝基苯肼乙醇试液，在日光下检视。供试品色谱中，在

与对照品色谱相应位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品5g，研细，加乙醇20ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水15ml加热使溶解，用脱脂棉滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，备用；水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水洗涤2次，每次20ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～5μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15：40：22：10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(6)取〔鉴别〕(5)项下的备用乙酸乙酯液，蒸干，残渣用2%碳酸钠溶液10ml溶解，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次10ml，合并乙酸乙酯提取液，用水15ml洗涤，乙酸乙酯液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～5μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶H薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水(10：1：4：0.1：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，在105℃加热约1分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 双酯型生物碱 取本品适量，研细，取3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加乙腈-浓氨试液(90：10)25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液于40℃以下减压回收溶剂至干，残渣加0.1mol/L盐酸溶液10ml使溶解，滤过，滤液加在固相萃取柱(以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，150mg或200mg，容量为6ml，预先依次用乙腈、水各6ml洗脱)上，依次以0.1mol/L盐酸溶液、甲醇、乙腈各5ml洗脱，弃去洗脱液，放置5分钟，继用乙腈-浓氨试液(90：10)的混合溶液10ml洗脱，洗脱液于40℃以下减压回收溶剂至干，残渣精密加入乙腈-0.1%磷酸溶液(30：70)的混合溶液3ml使溶解，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取新乌头碱对照品、次乌头碱对照品、乌头碱对照品适量，精密称定，分别加乙腈制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品贮备液。精密量取上述三种对照品贮备液各5ml，置50ml量瓶中，加0.1%磷酸溶液至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-四氢呋喃(25：15)为流动相A，以含0.1%磷酸的0.03mol/L磷酸二氢钾溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为232nm；理论板数按乌头碱峰计算应不低于60000。精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～38	15→26	85→74
38～39	26→35	74→65
39～49	35	65

供试品色谱中，与三种对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰的峰面积之和不得大于乌头碱对照品色谱峰的峰面积。

其他 应符合颗粒剂项下的有关各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 附子 制川乌 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(22：78)为流动相；检测波长为232nm。理论板数按苯甲酰新乌头原碱峰计算应不低于10000。

对照品溶液的制备 取苯甲酰新乌头原碱对照品、苯甲酰乌头原碱对照品、苯甲酰次乌头原碱对照品适量，精密称定，加乙腈制成每1ml含苯甲酰新乌头原碱40μg、苯甲酰乌头原碱16μg和苯甲酰次乌头原碱40μg的混合溶液，作为对照品贮备液。精密量取对照品贮备液5ml，置25ml量瓶中，加0.1%磷酸溶液至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约1.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入0.1mol/L盐酸溶液25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率400W，频率40kHz)40分钟并时时振摇，放冷，再称定重量，用0.1mol/L盐酸溶液补足减失的重量，摇匀，离心(转速为每分钟5000转)30分钟，滤过，精密量取续滤液10ml，加在固相萃取柱(以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂，150mg或200mg，容量为6ml，预先依次用乙腈、水各6ml洗脱)上，依次以水3ml、氨溶液(5→100)、水、甲醇、乙腈各5ml洗脱，待洗脱液流尽后，放置5分钟，继用乙腈-浓氨试液(90：10)的混合溶液10ml洗脱，收集洗脱液，于40℃以下减压回收溶剂至干，残渣精密加入乙腈-0.1%磷酸溶液(20:80)的混合溶液5ml使溶解，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含附子和制川乌以苯甲酰新乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_{10}$)、苯甲酰乌头原碱($C_{32}H_{45}NO_{10}$)和苯甲酰次乌头原碱($C_{31}H_{43}NO_{9}$)的总量计，应为0.40～3.66mg。

炒白芍 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(13：87)为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于10000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率400W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含炒白芍以芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）计，不得少于5.0mg。

【功能与主治】 温阳散寒，益气活血，消肿止痛。用于阳虚寒湿所致的颈椎及膝关节增生性关节炎。症见骨关节疼痛、屈伸不利、麻木肿胀、遇热则减、畏寒肢冷。

【用法与用量】 口服。一次5g，一日3次，饭后服。疗程3个月；如需继续治疗，必须停药一个月后遵医嘱服用。

【注意】 （1）服药后少数可见胃脘不舒，停药后可自行消除。（2）服药期间注意血压变化。（3）高血压，严重消化道疾病慎用。（4）孕妇及有出血倾向者，阴虚内热者禁用。

【规格】 每袋装5g

【贮藏】 密封。

乳癖消颗粒

Rupixiao Keli

【处方】

鹿角66.8g	蒲公英44.5g
昆布173.5g	天花粉17.8g
鸡血藤44.5g	三七44.5g
赤芍13.4g	海藻86.8g
漏芦26.7g	木香35.6g
玄参44.5g	牡丹皮62.3g
夏枯草44.5g	连翘17.8g
红花26.7g	

【制法】 以上十五味，鹿角、三七、玄参粉碎成细粉，其余蒲公英等十二味加水煎煮二次，第一次4小时，第二次3小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.30～1.35（50℃），与适量蔗糖及糊精混匀，制成颗粒，干燥，制成1000g，即得。

【性状】 本品为棕褐色至棕黑色的颗粒；气微，味微甜。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，层纹明显，直径约至94μm（玄参）。不规则块片半透明，边缘折光较强，表面有纤细短纹理和小孔及细裂隙（鹿角）。

（2）取本品50g，研细，加甲醇80ml，加热回流40分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用氨试液30ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取三七对照药材1g，加甲醇20ml，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Rb_1对照品和三七皂苷R_1对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水（15∶40∶22∶10）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点；紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

（3）取〔鉴别〕（2）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取玄参对照药材1g，加甲醇20ml，同〔鉴别〕（2）项下的供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（5∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取〔鉴别〕（2）项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取连翘对照药材1g，加甲醇20ml，同〔鉴别〕（2）项下的供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。另取连翘苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（8∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 三七　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为203 nm。理论板数按三七皂苷R_1峰计算应不低于4000。

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～12	19	81
12～60	19→36	81→64

对照品溶液的制备　分别取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Rb_1对照品和三七皂苷R_1对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含人参皂苷Rg_1和人参皂苷Rb_1各0.4mg、三七皂苷R_1 0.1mg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取

适量，研细，取 10g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25ml，蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，转移至分液漏斗中，用水饱和的正丁醇振摇提取 5 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，用氨试液 30ml 洗涤，弃去氨试液，再用正丁醇饱和的水洗涤 2 次，每次 20ml，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含三七以人参皂苷 Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）、人参皂苷 Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）和三七皂苷 R_1（$C_{47}H_{80}O_{18}$）的总量计，不得少于 7.0mg。

玄参　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，1%醋酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 278nm。理论板数按哈巴俄苷峰计算应不低于 5000。

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0～20	20→50	80→50

对照品溶液的制备　取哈巴俄苷对照品适量，精密称定，加 30%甲醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取 10g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含玄参以哈巴俄苷（$C_{24}H_{30}O_{11}$）计，不得少于 0.70mg。

【功能与主治】　软坚散结，活血消痈，清热解毒。用于痰热互结所致的乳癖、乳痈，症见乳房结节、数目不等、大小形态不一、质地柔软，或产后乳房结块、红热疼痛；乳腺增生、乳腺炎早期见上述证候者。

【用法与用量】　开水冲服。一次 8g，一日 3 次。

【注意】　孕妇慎服。

【规格】　每袋装 8g

【贮藏】　密封。

季德胜蛇药片

Jidesheng Sheyao Pian

本品为由重楼、干蟾皮、蜈蚣、地锦草等药味经适宜加工制成的片。

【性状】　本品为棕褐色的片；或薄膜衣片，除去包衣后显棕褐色；味辛、苦。

【鉴别】　（1）取本品，置显微镜下观察：孢子呈类圆球形、类卵圆形或卵圆形，棕褐色，直径约 10μm（霉麦粉）。不定形块状物淡黄色、无色或棕色，具灰棕色细小颗粒状分泌物堆集（干蟾皮）。体壁碎片淡黄棕色或近无色，外表皮表面观具多角形网络样纹理；气管壁碎片见棕色或黄绿色，螺旋丝，宽1～5μm，丝间布有近无色点状物（蜈蚣）。

（2）取本品 10 片，研细，加甲醇 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加 2mol/L 盐酸溶液 30ml 使溶解，水浴加热回流 1 小时，放冷，用石油醚（30～60℃）振摇提取 2 次，每次 30ml，合并提取液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取薯蓣皂苷元对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品 15 片，研细，加二氯甲烷 50ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液备用；滤渣挥去二氯甲烷，加甲醇 30ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 30ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，通过 D101 型大孔吸附树脂柱（柱内径为 1cm，柱高为 15cm），先用水 20ml 洗脱（流速为每分钟 1ml。以下同），继用 30%甲醇 50ml 洗脱，收集 30%甲醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取干蟾皮对照药材 1g，加二氯甲烷 30ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，弃去滤液，残渣加甲醇 30ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-盐酸-水（4：1：5）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 20%对二甲氨基苯甲醛盐酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取〔鉴别〕（3）项下备用的二氯甲烷滤液，蒸干，残渣加丙酮 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取地锦草对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，

吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

（5）取本品 5 片，研细，加 50%乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，放冷，离心，取上清液，置水浴上蒸至约 5ml，加水 10ml，搅拌使溶解，用二氯甲烷振摇提取 2 次，每次 20ml，合并二氯甲烷提取液，蒸干，残渣加丙酮 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取半边莲对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（30～60℃）-乙酸乙酯（5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（45：55）为流动相；检测波长为 210nm。理论板数按重楼皂苷Ⅰ峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取重楼皂苷Ⅰ对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，研细，取约 2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 50kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含重楼以重楼皂苷Ⅰ（$C_{44}H_{70}O_{26}$）计，不得少于 0.20mg。

【功能与主治】 清热解毒，消肿止痛。用于毒蛇、毒虫咬伤。

【用法与用量】 口服。第一次 20 片，以后每隔 6 小时续服 10 片，危急重症者将剂量增加 10～20 片并适当缩短服药间隔时间。不能口服药者，可行鼻饲法给药。外用。被毒虫咬伤后，以本品和水外搽，即可消肿止痛。

【注意】 孕妇忌用。脾胃虚寒者慎用。肝肾功能不全者慎用。本品不可过服久服。若用药后出现皮肤过敏反应需及时停用。忌食辛辣、油腻食物。

【规格】 每片重 0.4g

【贮藏】 密封。

金莲花口服液

Jinlianhua Koufuye

【处方】 金莲花 450g

【制法】 取金莲花，加水煎煮三次，每次 1.5 小时，煎液滤过，滤液合并，减压浓缩至相对密度为 1.15（50℃），静置 24 小时，滤过，滤液中加入蜂蜜或单糖浆适量及苯甲酸钠 1.8g、羟苯乙酯 0.2g，加水至 1000ml，混匀，静置 24 小时，滤过，即得。

【性状】 本品为棕红色澄清液体；味苦、微甜。

【鉴别】 取本品 5ml，用乙酸乙酯振摇提取 3 次，每次 20ml，再用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 10ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水 20ml 洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取金莲花对照药材 0.5g，加 80%乙醇 15ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水 10ml 溶解，同法制成对照药材溶液。再取荭草苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 1～2μl、对照药材溶液和对照品溶液各 2μl，分别点于同一以含 4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶 H 薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（8：6：1：1.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%三氯化铝乙醇溶液，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **相对密度** 应不低于 1.05（附录Ⅶ A）。

pH 值 应为 4.0～6.0（附录 Ⅶ G）。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ J）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-乙腈-0.1%磷酸溶液（10：12：78）为流动相；检测波长为 349nm。理论板数按荭草苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 取荭草苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品 5ml，置 100ml 量瓶中，加入甲醇 80ml，超声处理（功率 400W，频率 40kHz）10 分钟，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 10ml，置 25ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液 10μl 与供试品溶液 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1ml 含金莲花以荭草苷（$C_{21}H_{20}O_{11}$）计，不得少于 1.5mg。

【功能与主治】 清热解毒。用于风热邪毒袭肺，热毒内盛引起的上呼吸道感染、咽炎、扁桃体炎。

【用法与用量】 口服。一次10ml，一日3次；用时摇匀。

【规格】 每瓶装10ml

【贮藏】 密封。

金莲花片

Jinlianhua Pian

【处方】 金莲花 1500g

【制法】 取金莲花，加水煎煮二次，每次1小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至相对密度为1.18～1.22(70～80℃)，加入淀粉适量，制颗粒，干燥，加入硬脂酸镁适量，混匀，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕色至棕褐色；味苦。

【鉴别】 取本品2片，除去包衣，研细，加80%乙醇25ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水10ml溶解，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，再用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次10ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水20ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取金莲花对照药材0.5g，加80%乙醇15ml，同法制成对照药材溶液。再取荭草苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.3mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～4μl、对照药材溶液和对照品溶液各2μl，分别点于同一以含4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶H薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(8∶6∶1∶1.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%三氯化铝乙醇溶液，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-乙腈-0.1%磷酸溶液(10∶12∶78)为流动相；检测波长为349nm。理论板数按荭草苷峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取荭草苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品10片，除去包衣，精密称定，研细，混匀，取约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率400W，频率40kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含金莲花以荭草苷($C_{21}H_{20}O_{11}$)计，不得少于4.5mg。

【功能与主治】 清热解毒。用于风热邪毒袭肺，热毒内盛引起的上呼吸道感染、咽炎、扁桃体炎。

【用法与用量】 口服。一次3～4片，一日3次。

【规格】 薄膜衣片 (1)每片重0.31g (2)每片重0.4g

【贮藏】 密封。

金莲花胶囊

Jinlianhua Jiaonang

【处方】 金莲花 1000g

【制法】 取金莲花，加水煎煮二次，每次1小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至稠膏状，在60℃以下减压干燥，粉碎，加入糊精适量，混匀，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为灰棕色至棕褐色的粉末；味苦。

【鉴别】 取本品内容物0.7g，研细，加80%乙醇25ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml溶解，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，再用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次10ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水20ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取金莲花对照药材0.5g，加80%乙醇15ml，同法制成对照药材溶液。再取荭草苷对照品加甲醇制成每1ml含0.3mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～4μl、对照药材溶液和对照品溶液各2μl，分别点于同一以含4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶H薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(8∶6∶1∶1.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%三氯化铝乙醇溶液，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-乙腈-0.1%磷酸溶液(10∶12∶78)为流动相；检测波长为349nm。理论板数按荭草苷峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取荭草苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，研

细，混匀，取约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率400W，频率40kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含金莲花以荭草苷（$C_{21}H_{20}O_{11}$）计，不得少于3.0mg。

【功能与主治】　清热解毒。用于风热邪毒袭肺，热毒内盛引起的上呼吸道感染、咽炎、扁桃体炎。

【用法与用量】　口服。一次4粒，一日2～3次；小儿酌减。

【规格】　每粒装0.35g

【贮藏】　密封。

金嗓清音丸

Jinsang Qingyin Wan

【处方】

玄参100g	地黄100g
麦冬60g	黄芩40g
牡丹皮60g	赤芍60g
川贝母60g	泽泻60g
薏苡仁（炒）60g	石斛60g
僵蚕（麸炒）40g	薄荷20g
胖大海40g	蝉蜕40g
木蝴蝶40g	甘草20g

【制法】　以上十六味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末加炼蜜35～50g与适量的水，制成水蜜丸，即得。

【性状】　本品为黑褐色的水蜜丸；气微，味甜。

【鉴别】　（1）取本品，置显微镜下观察：薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物（地黄）。纤维表面类圆形细胞中含细小圆形硅质块，排列成行（石斛）。几丁质皮壳碎片淡黄棕色，半透明，密布乳头状或短刺状突起（蝉蜕）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。

（2）取本品10g，研细，加水80ml，超声处理20分钟，离心，取上清液，加盐酸2ml，加热回流1小时，放冷，用三氯甲烷振摇提取3次，每次20ml，合并三氯甲烷提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取麦冬对照药材0.5g，加水40ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品15g，研细，加乙醇80ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇提取3次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用水洗涤3次，每次15ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，10g，内径为1cm）上，用甲醇80ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（40：5：10：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品10g，研细，加乙醚100ml，振摇，放置过夜，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品10g，研细，加水饱和的正丁醇60ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用甲醇5ml溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，5g，内径为1cm）上，用甲醇80ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取玄参对照药材1g，加水饱和的正丁醇30ml，浸泡1小时后超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，2g，内径为1cm）上，用甲醇60ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为对照药材溶液。再取哈巴俄苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（12：4：1）5～10℃放置12小时的下层溶液为展开剂，置用展开剂预平衡15分钟的展开缸内展开，展距17cm，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】　应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件及系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.2%磷酸溶液（20：80）为流动相；检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加

70%乙醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇100ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含黄芩和木蝴蝶以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，每1g不得少于2.3mg。

【功能与主治】 养阴清肺，化痰利咽。用于肺热阴虚所致的慢喉瘖、慢喉痹，症见声音嘶哑、咽喉肿痛、咽干；慢性喉炎、慢性咽炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次60～120丸，一日2次。

【注意】 忌烟酒及辛辣食物。

【规格】 每10丸重1g

【贮藏】 密封。

参苓白术丸

Shenling Baizhu Wan

【处方】

人参100g	茯苓100g
麸炒白术100g	山药100g
炒白扁豆75g	莲子50g
麸炒薏苡仁50g	砂仁50g
桔梗50g	甘草100g

【制法】 以上十味，粉碎成细粉，过筛，混匀，用水泛丸，干燥，即得。

【性状】 本品为黄色至黄棕色的水丸；气香，味甜。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛液溶化；菌丝无色或淡棕色，直径4～6μm(茯苓)。草酸钙针晶细小，长10～32μm，不规则地充塞于薄壁细胞中(麸炒白术)。草酸钙针晶束存在于黏液细胞中，长80～240μm，针晶直径2～8μm(山药)。内种皮厚壁细胞黄棕色或棕红色，表面观类多角形，壁厚，胞腔含硅质块(砂仁)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(甘草)。

(2)取本品6g，研细，加甲醇50ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水50ml使溶解，用三氯甲烷振摇提取2次，每次50ml，弃去三氯甲烷液，再用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次50ml，合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤2次，每次30ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rb_1对照品，加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液和对照品溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点；紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品6g，研细，加乙醚20ml，超声处理15分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取白术对照品药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(5：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热约5分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.2mol/L醋酸铵溶液-冰醋酸(61：39：1)为流动相；检测波长250nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取甘草酸铵对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含0.1mg的溶液(相当于每1mg含甘草酸0.9797mg)，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约1g，精密称定，置50ml具塞锥形瓶中，精密加入流动相50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率500W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用流动相补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含甘草以甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)计，不得少于2.3mg。

【功能与主治】 补脾胃，益肺气。用于脾胃虚弱，食少便溏，气短咳嗽，肢倦乏力。

【用法与用量】 口服。一次6g，一日3次。

【规格】 每100粒重6g

【贮藏】 密封。

参松养心胶囊

Shensong Yangxin Jiaonang

本品由人参、麦冬、山茱萸、桑寄生、土鳖虫、赤芍、黄连、南五味子、龙骨等药味经加工制成的胶囊剂。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为黄褐色至棕褐色的颗粒和粉末；味苦。

【鉴别】 (1)体壁碎片黄色或棕红色，有圆形毛窝，直径8～24μm，可见长短不一的刚毛(土鳖虫)。

(2)取本品内容物8g，置具塞锥形瓶中，加乙醚50ml，超声处理20分钟，离心，上清液蒸干。残渣用石油醚(30～60℃)洗涤3次，每次15ml，弃去石油醚液。残渣加无水乙醇-三氯甲烷(3：2)混合溶液1ml使溶解，作为供试品溶液。另取山茱萸对照药材0.5g，加乙酸乙酯10ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇-三氯甲烷(3：2)混合溶液1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸(12：2：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在110℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显一个相同颜色的主斑点。

(3)取本品内容物2g，加甲醇25ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，加盐酸调节pH值至1～2，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次15ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解作为供试品溶液。另取丹参对照药材0.5g，加甲醇5ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水(15：15：5)上层液为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏10分钟以上，至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显一个相同颜色的主斑点。

(4)取本品内容物4g，加甲醇30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水25ml使溶解，用三氯甲烷振摇提取2次，每次25ml，弃去三氯甲烷液，水溶液用水饱和的正丁醇25ml振摇提取，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(8：1：3：1)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品内容物1.2g，加甲醇20ml，超声处理10分钟，滤过，滤液浓缩至约2ml，作为供试品溶液。另取黄连对照药材50mg，加甲醇10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水(6：3：1.5：1.5：0.3)为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(6)取本品内容物4g，研细，加乙醚40ml，超声处理20分钟，静置，取上清液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取五味子甲素对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～4μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯(9：1.2)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **人参**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B，按下表进行梯度洗脱；蒸发光散射检测器。理论板数按人参皂苷Re峰计算应不低于20 000。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～25	19	81
25～50	19→27	81→73
50～55	27→90	73→10
55～70	90	10
70～75	90→19	10→81
75～90	19	81

对照品溶液的制备　取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含0.2mg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品30粒的内容物，精密称定，混匀，研细，取约4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇100ml，密塞，称定重量，超声处理(功率160W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液50ml，蒸干，残渣加水30ml溶解，用三氯甲烷振摇提取3次(30ml，20ml，20ml)，弃去三氯甲烷液，水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取5次(25ml，25ml，25ml，15ml，15ml)，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次(30ml，20ml)，分取正丁醇液，再用正丁醇饱和的水洗涤2次(30ml，20ml)，合并氨洗液和水洗液，用水饱和的正丁醇振摇提取3次(20ml，20ml，15ml)，合并正丁醇提取液，并与上述正丁醇液合并，蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液6μl与9μl、供试品溶液15μl，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品每粒含人参以人参皂苷Rg_1($C_{42}H_{72}O_{14}$)和人参皂苷Re($C_{48}H_{82}O_{18}$)的总量计，不得少于0.15mg。

山茱萸　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-乙腈-0.05%磷酸溶液（3∶9∶88）为流动相；检测波长为238nm。理论板数按马钱苷峰计算应不低于9000。

对照品溶液的制备　取马钱苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密吸取续滤液10ml，加在中性氧化铝柱（100～200目，7g，内径1.5cm，干法装柱）上，用50%甲醇60ml洗脱，收集流出液和洗脱液，蒸干，残渣用50%甲醇溶解并转移至25ml量瓶中，加50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含山茱萸以马钱苷（$C_{17}H_{26}O_{10}$）计，不得少于0.32mg。

【功能与主治】 益气养阴，活血通络，清心安神。用于治疗冠心病室性早搏属气阴两虚，心络瘀阻证，症见心悸不安，气短乏力，动则加剧，胸部闷痛，失眠多梦，盗汗，神倦懒言。

【用法与用量】 口服。一次2～4粒，一日3次。

【注意】 应注意配合原发性疾病的治疗；个别患者服药期间可出现胃胀。

【规格】 每粒装0.4g

【贮藏】 密封。

茵栀黄颗粒

Yinzhihuang Keli

【处方】 茵陈（绵茵陈）提取物20g
栀子提取物10.7g
黄芩提取物（以黄芩苷计）66.7g
金银花提取物13.3g

【制法】 以上四味，粉碎成细粉，加入蔗糖粉500g与糊精适量，混匀，制成颗粒，干燥，制成1000g，即得。

【性状】 本品为黄色至棕黄色的颗粒；味甜，微苦。

【鉴别】 （1）取本品3g，研细，加水20ml使溶解，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取茵陈对照药材3g，加水50ml，煎煮10分钟，放冷，滤过，自"滤液用乙酸乙酯振摇提取2次"起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯-丙酮（5∶3∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%氢氧化钾乙醇溶液，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝色荧光斑点。

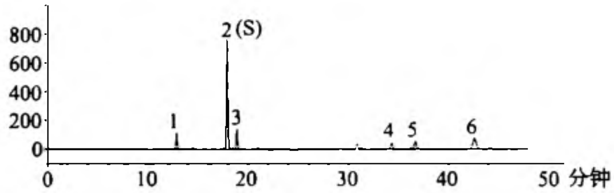
（2）取本品12g，研细，加50%甲醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，通过D101型大孔吸附树脂柱（内径为1～1.5cm，柱高为10cm），以水100ml洗脱，弃去水洗液，再用70%乙醇50ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取栀子对照药材0.5g，加50%甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。再取栀子苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（3∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品适量，研细，取约0.15g，加甲醇10ml使溶解，离心，上清液作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液，照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（5∶3∶1∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品12g，研细，加50%甲醇50ml，超声处理30分钟，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取绿原酸对照品，加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液，作为参照物溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为25cm，柱内径为4.6mm，粒径为5μm）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30℃，检测波长为325nm；理论板数按绿原酸峰计算应不低于10 000。吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，记录50分钟的色谱图，计算各特征峰与参照物峰的相对保留时间，即得。

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）	流速（ml/min）
0～20	5→15	95→85	0.8
20～25	15→18	85→82	0.8→1.0
25～50	18	82	1.0

供试品色谱中应呈现六个与对照特征图谱相对应的特征峰，其中与参照物峰保留时间相对应的峰为S峰；各特征峰的相对保留时间规定值分别为：0.72（峰1），1.00（峰2），1.05（峰3），1.92（峰4），2.05（峰5），2.38（峰6）。供试品色谱中，各特征峰的相对保留时间应在其规定值的±10%之内。



对照特征图谱

峰1:新绿原酸　峰2:绿原酸

峰3:隐绿原酸　峰4:3,4′-二咖啡酰奎尼酸

峰5:3,5′-二咖啡酰奎尼酸

峰6:4,5′-二咖啡酰奎尼酸

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 **茵陈提取物** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%甲酸溶液(11∶89)为流动相,待对羟基苯乙酮出峰后,以乙腈-0.1%甲酸溶液(90∶10)冲洗柱子10分钟;检测波长为275nm。理论板数按对羟基苯乙酮峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取对羟基苯乙酮对照品适量,精密称定,加70%甲醇制成每1ml含10μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品,混匀,取适量,研细,取约5.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇20ml,密塞,称定重量,超声处理(功率140W,频率42kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用70%甲醇补足减失的重量,摇匀,离心,取上清液,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含茵陈提取物以对羟基苯乙酮($C_8H_8O_2$)计,不得少于50μg。

栀子提取物 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%甲酸溶液(10∶90)为流动相;检测波长为238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取栀子苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品,混匀,取适量,研细,取约1g,精密称定,置50ml棕色量瓶中,加50%甲醇适量,超声处理(功率140W,频率42kHz)30分钟,放冷,用50%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含栀子提取物以栀子苷($C_{17}H_{24}O_{10}$)计,不得少于3.0mg。

黄芩提取物 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%甲酸溶液(25∶75)为流动相;检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品,混匀,取适量,研细,取约1g,精密称定,置50ml量瓶中,加甲醇40ml,超声处理(功率140W,频率42kHz)10分钟,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,离心,精密量取上清液1ml,置20ml量瓶中,加50%甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含黄芩提取物以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计,应为180～220mg。

金银花提取物　茵陈提取物 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%甲酸溶液(10∶90)为流动相;检测波长为325nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取绿原酸对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取栀子苷含量测定项的供试品溶液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含金银花提取物和茵陈提取物以绿原酸($C_{16}H_{18}O_9$)计,不得少于1.8mg。

【功能与主治】 清热解毒,利湿退黄。用于肝胆湿热所致的黄疸,症见面目悉黄、胸胁胀痛、恶心呕吐、小便黄赤;急、慢性肝炎见上述证候者。

【用法与用量】 开水冲服。一次6g,一日3次。

【规格】 每袋装3g。

【贮藏】 密封。

附1:茵陈提取物标准

茵陈提取物

本品为菊科植物滨蒿 *Artemisia scoparia* Waldst et Kit 或茵陈蒿 *Artemisia capillaries* Thunb. 春季采收的干燥地上部分(绵茵陈)经加工制成的提取物。

〔制法〕 取茵陈,加水煎煮三次,第一次1.5小时,第二、三次每次1小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩至适量,加乙醇使含醇量达70%,冷藏24小时,滤过,滤液回收乙醇至适量,加乙醇使含醇量达85%,冷藏24小时,滤过,滤液回收乙醇至适量,再加约5倍量的水,冷藏48小时,滤过,滤液浓缩成稠膏状,真空干燥,粉碎,即得。

〔性状〕 本品为黄棕色至棕褐色的粉末或块状物;气香,味苦。

〔鉴别〕 取本品0.2g,加水20ml,超声使溶解,用乙酸乙

酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取茵陈对照药材3g，加水50ml，煎煮10分钟，放冷，滤过，取滤液，自"用乙酸乙酯振摇提取2次"起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯-丙酮（5：3：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%氢氧化钾乙醇溶液，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝色荧光斑点。

〔检查〕 水分　不得过8.0%（附录Ⅸ H第一法）。

〔含量测定〕 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%甲酸溶液（11：89）为流动相，待对羟基苯乙酮出峰后以乙腈-0.1%甲酸溶液（90：10）冲洗柱子10分钟；检测波长为275nm。理论板数按对羟基苯乙酮峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取对羟基苯乙酮对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇20ml，称定重量，超声处理（功率140W，频率42kHz）10分钟，取出，放冷，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含对羟基苯乙酮（$C_8H_8O_2$）不得少于0.10%。

附2：栀子提取物标准

栀子提取物

本品为茜草科植物栀子 *Cardenia jasminoides* Ellis 的干燥成熟果实经加工制成的提取物。

〔制法〕 取栀子，粉碎成粗粉，加水煎煮三次，第一、二次每次1小时，第三次0.5小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至适量，加乙醇使含醇量达70%，冷藏24小时，滤过，滤液回收乙醇，再加乙醇使含醇量达85%，冷藏24小时，滤过，滤液回收乙醇，再加约5倍量的水，冷藏48小时，滤过，滤液浓缩至适量，真空干燥，粉碎，即得。

〔性状〕 本品为棕色至红棕色的粉末；味微苦。

〔鉴别〕 取本品30mg，加50%甲醇适量，振摇使溶解，置水浴上蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取栀子对照药材0.5g，加50%甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。再取栀子苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

〔检查〕 水分　不得过5.0%（附录Ⅸ H第一法）。

炽灼残渣　不得过17.0%（附录Ⅸ J）。

〔含量测定〕 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%甲酸溶液（10：90）为流动相；检测波长为238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取栀子苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品约25mg，精密称定，置50ml量瓶中，加50%甲醇适量，振摇使完全溶解，用50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含栀子苷（$C_{17}H_{24}O_{10}$）不得少于10.0%。

附3：金银花提取物标准

金银花提取物

本品为忍冬科植物忍冬 *Lonicera japonica* Thunb. 的带初开的花经加工制成的提取物。

〔制法〕 取金银花，用30%乙醇加热回流提取二次，每次1小时，合并提取液，滤过，滤液回收乙醇至每1ml含药材2g，加乙醇使含醇量达75%，静置24小时，滤过，滤液回收乙醇至每1ml含药材4g，加约5倍量的水，冷藏48小时，滤过，滤液浓缩成稠膏状，真空干燥，即得。

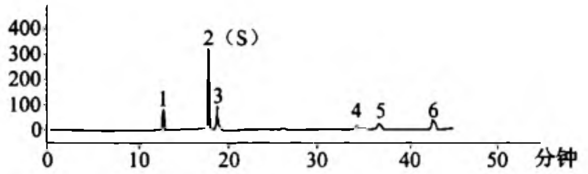
〔性状〕 本品为黄色至棕色的粉末；味微苦。

〔鉴别〕 取本品0.1g，置50ml量瓶中，用50%甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取绿原酸对照品，加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液，作为参照物溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为25cm，柱内径为4.6mm，粒径为5μm）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30℃；检测波长为325nm；理论板数按绿原酸峰计算应不低于10 000。吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，记录50分钟的色谱图，计算各特征峰与参照物峰的相对保留时间，即得。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)	流速(ml/min)
0～20	5→15	95→85	0.8
20～25	15→18	85→82	0.8→1.0
25～50	18	82	1.0

供试品色谱中应呈现六个与对照特征图谱相对应的特征峰，其中与参照物峰保留时间相对应的峰为S峰；各特征峰的相对保留时间规定值分别为：0.72（峰1），1.00（峰2），1.05

(峰3),1.92(峰4),2.05(峰5),2.38(峰6)。供试品色谱中,各特征峰的相对保留时间应在其规定值的±10%之内。



对照特征图谱

峰1:新绿原酸　峰2:绿原酸

峰3:隐绿原酸　峰4:3,4′-二咖啡酸酰奎尼酸

峰5:3,5′-二咖啡酸酰奎尼酸

峰6:4,5′-二咖啡酸酰奎尼酸

〔检查〕 水分　不得过6.0%(附录Ⅸ H第一法)。

炽灼残渣　不得过17.0%(附录Ⅸ J)。

〔含量测定〕 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%甲酸溶液(10:90)为流动相;检测波长为325nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取绿原酸对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品约25mg,精密称定,置50ml棕色量瓶中,加50%甲醇适量,振摇使完全溶解,用50%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含绿原酸($C_{16}H_{18}O_9$)不得少于4.5%。

胃 苏 颗 粒

Weisu Keli

【处方】 紫苏梗166.7g　香附166.7g
陈皮100g　香橼166.7g
佛手100g　枳壳166.7g
槟榔100g　炒鸡内金100g

【制法】 以上八味,紫苏梗、香附、陈皮、香橼、佛手、枳壳蒸馏提取挥发油,挥发油另器保存;药渣与槟榔、鸡内金加水煎煮二次,第一次2小时,第二次1小时,煎液滤过,滤液合并,浓缩至相对密度为1.35～1.38(70～80℃),加入蔗糖与糊精的混合物(3.5份蔗糖与1份糊精)适量,混合均匀,制成颗粒,干燥,喷入挥发油,混匀,制成1000g〔规格(1)〕。或滤液合并,浓缩至相对密度为1.26～1.29(70～80℃),加入适量糊精、甜菊素2.7g、羧甲基淀粉钠0.7g,制颗粒,干燥,喷入挥发油,混匀,制成333g〔规格(2)〕,即得。

【性状】 规格(1):本品为淡棕色的颗粒,味微苦。

规格(2):本品为淡棕色至棕褐色的颗粒,味苦。

【鉴别】 (1)取本品5g〔规格(1)〕或2g〔规格(2)〕,研细,加甲醇25ml,超声处理20分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一用0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展开,展距约5cm,取出,晾干;再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以三氯化铝试液,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取辛弗林对照品,加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-醋酸-水(4:1:5)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品30g〔规格(1)〕或10g〔规格(2)〕,研细,加石油醚(30～60℃)50ml,冷浸20小时,时时振摇,滤过,滤液挥干,残渣加乙醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取紫苏梗对照药材0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液20μl、对照药材溶液10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯(19:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%香草醛硫酸溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取本品45g〔规格(1)〕或15g〔规格(2)〕,置1000ml圆底烧瓶中,加水500ml及沸石数粒,照挥发油测定法(附录Ⅹ D)操作,自测定器上端加水使充满刻度部分并溢入烧瓶中为止,再加入乙酸乙酯2ml,连接回流冷凝装置,加热至沸并保持微沸5小时,放冷,分取乙酸乙酯层,置2ml量瓶中,加乙酸乙酯至刻度,再加无水硫酸钠0.5g,摇匀,取上清液作为供试品溶液。另取α-香附酮对照品,加乙酸乙酯制成每1ml含0.2mg的溶液,作为对照品溶液。照气相色谱法(附录Ⅵ E)试验,用5%苯基-95%甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱(柱长为30m,内径为0.32mm,膜厚度为0.25μm),程序升温:初始温度100℃,保持2分钟,然后以每分钟8℃的速率升温至200℃,再以每分钟10℃的速率升温至260℃,保持15分钟;分流比为1:1。吸取上述两种溶液各1μl,注入气相色谱仪,记录色谱图。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-醋酸-水(35:4:61)为流动相;检测波长为283nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 分别取柚皮苷对照品、橙皮苷对照品和新橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含柚皮苷80μg、橙皮苷20μg和新橙皮苷20μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约1.2g〔规格(1)〕或0.5g〔规格(2)〕，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）25分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)不得少于35.0mg；含橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)不得少于7.0mg；含新橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)不得少于12.0mg。

【功能与主治】 理气消胀，和胃止痛。主治气滞型胃脘痛，症见胃脘胀痛，窜及两胁，得嗳气或矢气则舒，情绪郁怒则加重，胸闷食少，排便不畅，舌苔薄白，脉弦；慢性胃炎及消化性溃疡见上述证候者。

【用法与用量】 开水冲服。一次1袋，一日3次。15天为一个疗程，可服1～3个疗程或遵医嘱。

【规格】 (1)每袋装15g (2)每袋装5g(无蔗糖)

【贮藏】 密封。

香连化滞丸

Xianglian Huazhi Wan

【处方】

黄连 60g	木香 60g
黄芩 75g	麸炒枳实 75g
陈皮 75g	醋青皮 75g
姜厚朴 75g	炒槟榔 60g
滑石 60g	炒白芍 150g
当归 150g	甘草 60g

【制法】 以上十二味，粉碎成细粉，过筛，混匀。用水泛丸，低温干燥，制成水丸；或每100g粉末用炼蜜60～70g加适量的水制丸，干燥，制成水蜜丸；或每100g粉末加炼蜜140～160g制成大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黄褐色至棕褐色的水丸或棕褐色的水蜜丸或大蜜丸；气微香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：纤维束鲜黄色，壁稍厚，纹孔明显（黄连）。木纤维成束，长梭形，直径16～24μm，壁稍厚，纹孔横裂缝状、十字状或人字状（木香）。韧皮纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细（黄芩）。石细胞类方形、椭圆形、卵圆形或不规则分枝状，直径11～65μm，有时可见层纹（姜厚朴）。内胚乳细胞碎片无色，壁较厚，有较多大的类圆形纹孔（炒槟榔）。草酸钙簇晶直径18～32μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行（白芍）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。

(2)取本品水丸2g，研细；或取水蜜丸3.5g，研碎；或取大蜜丸6g，剪碎，加硅藻土3g，研匀，加乙醚25ml，超声处理10分钟，滤过，药渣备用，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材0.1g，加乙醚15ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2～4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取木香对照药材0.1g，加乙醚15ml，超声处理10分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯5ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液与上述对照药材溶液各2～6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲苯-乙酸乙酯(14：3：3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取厚朴酚、和厚朴酚对照品，加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液6～10μl、上述对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。再喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视，显相同颜色的斑点。

(5)取〔鉴别〕(2)项下的备用药渣，挥干溶剂，水丸药渣加甲醇30ml，水蜜丸、大蜜丸药渣加甲醇50ml，超声处理40分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用乙酸乙酯20ml振摇提取，弃去乙酸乙酯液，水层用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇液，用氨试液20ml洗涤，弃去氨试液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄连对照药材0.1g，加甲醇10ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各1～2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨溶液(12：6：3：3：1)为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(6)取〔鉴别〕(5)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶

液各5～10μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(30：10：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(7)取本品水丸1.5g，研细；或取水蜜丸1.7g，研碎；或取大蜜丸3g，剪碎，加硅藻土2g，研匀，加甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水15ml使溶解，加稀盐酸调节pH值至1～2，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次15ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各1～2μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5：3：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(42：58)(每100ml加十二烷基磺酸钠0.1g)为流动相；检测波长为350nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于7000。

对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水丸适量，研细，取约0.5g，精密称定；或取水蜜丸适量，研碎，取约0.6g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸，剪碎，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸(100：1)的混合溶液50ml，称定重量，加热回流60分钟，放冷，再称定重量，用上述混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含黄连以盐酸小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$)计，水丸每1g不得少于2.0mg；水蜜丸每1g不得少于1.2mg；大蜜丸每丸不得少于4.8mg。

【功能与主治】 清热利湿，行血化滞。用于大肠湿热所致的痢疾，症见大便脓血、里急后重、发热腹痛。

【用法与用量】 口服。水丸一次5g，水蜜丸一次8g，大蜜丸一次2丸，一日2次；或遵医嘱。

【注意】 忌食生冷油腻；孕妇忌服。

【规格】 (1)水丸 每10丸重0.3g (2)水蜜丸 每100粒重10g (3)大蜜丸 每丸重6g

【贮藏】 密封。

香砂平胃丸

Xiangsha Pingwei Wan

【处方】 苍术 200g 陈皮 200g
姜厚朴 200g 木香 100g
砂仁 100g 甘草 75g

【制法】 以上六味，粉碎成细粉，过筛，混匀，用水泛丸，干燥，即得。

【性状】 本品为棕褐色的水丸；气芳香，味辛、苦。

【鉴别】 (1)取本品5g，研细，加石油醚25ml，超声处理20分钟，放冷，滤过，滤渣备用，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取苍术对照药材、木香对照药材各1g，分别同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各2～4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-丙酮(10：3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下备用的滤渣，加乙醚25ml，超声处理20分钟，滤过，弃去醚液，滤渣加甲醇25ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水25ml使溶解，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取陈皮对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各4～6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水(100：17：10)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铝乙醇溶液，在105℃加热数分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取甘草对照药材1g，同〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液制备方法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液和上述对照药材溶液各2～4μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15：1：1：2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点；紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸(70：30：1.5)为流动相；检测波长为294nm。理论板数按厚朴酚峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml各含50μg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品适量,研细,取约0.5g,精密称定,精密加入70%甲醇25ml,称定重量,超声处理40分钟,放冷,再称定重量,用70%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5～10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1g含姜厚朴以厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)与和厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)的总量计,不得少于3.0mg。

【功能与主治】　健胃,舒气,止痛。用于胃肠衰弱,消化不良,胸膈满闷,胃痛呕吐。

【用法与用量】　口服。一次6g,一日1～2次。

【规格】　每瓶装　(1)6g　(2)60g

【贮藏】　密封。

香砂养胃丸(浓缩丸)

Xiangsha Yangwei Wan

【处方】　木香210g　砂仁210g
白术300g　陈皮300g
茯苓300g　半夏(制)300g
醋香附210g　枳实(炒)210g
豆蔻(去壳)210g　姜厚朴210g
广藿香210g　甘草90g
生姜90g　大枣150g

【制法】　以上十四味,木香168g、陈皮、醋香附、枳实、姜厚朴、广藿香、生姜提取挥发油,药渣与白术、茯苓、半夏60g、甘草、大枣加水煎煮二次,每次2小时,滤过,合并滤液,滤液浓缩至相对密度为1.35～1.40(60℃)的稠膏,将剩余半夏、木香及砂仁、豆蔻粉碎成细粉,与上述稠膏、挥发油及适量饴糖混匀,制丸,烘干,打光,即得。

【性状】　本品为棕色或棕褐色的浓缩水丸;气微,味辛、微苦。

【鉴别】　(1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙针晶成束,长32～144μm,存在于黏液细胞中或散在(半夏)。内种皮厚壁细胞黄棕色或棕红色,表面观类多角形,壁厚(砂仁、豆蔻)。

(2)取本品9g,研细,加石油醚(30～60℃)30ml,加热回流30分钟,滤过,滤液挥干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取木香对照药材0.5g,加石油醚(30～60℃)15ml,同法制成对照药材溶液。再取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品,加乙酸乙酯制成每1ml含厚朴酚2mg、和厚朴酚1mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液2～6μl、对照药材溶液和对照品溶液各2μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以环己烷-丙酮(10∶3)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(254nm)下检视。供试品色谱中,在与厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。再喷以5%香草醛硫酸溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与木香对照药材色谱相应的位置上,显相同的紫红色至紫蓝色斑点。

(3)取本品9g,研细,加乙醇40ml,超声处理30分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水15ml使溶解,用乙醚振摇提取3次,每次15ml,弃去乙醚液,水溶液用乙酸乙酯振摇提取3次,每次15ml,合并乙酸乙酯提取液,加无水硫酸钠6g,振摇3分钟,放置,取乙酸乙酯液,蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g,加乙醇20ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇4ml使溶解,作为对照药材溶液。再取甘草苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液和对照品溶液各1～2μl,分别点于同一高效硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水(15∶1∶1∶2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同的黄色荧光斑点。

【检查】　应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　陈皮　枳实　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.2%磷酸溶液(18∶82)为流动相;检测波长为284nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取橙皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含40μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品适量,研细,取0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50ml,称定重量,加热回流1小时,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1g含陈皮、枳实以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计,不得少于2.0mg。

姜厚朴　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-冰醋酸(60∶38∶2)为流动相;检测波长为294nm。理论板数按厚朴酚峰计算应不低于1500。

对照品溶液的制备　取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含厚朴酚0.1mg、和厚朴酚60μg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品适量,研细,取2.5g,精密称

定，置索氏提取器中，加甲醇适量，加热回流提取3小时，提取液回收甲醇至干，残渣用甲醇溶解并转移至25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含姜厚朴以厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)与和厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)的总量计，不得少于0.30mg。

【功能与主治】 温中和胃。用于胃阳不足、湿阻气滞所致的胃痛、痞满，症见胃痛隐隐、脘闷不舒、呕吐酸水、嘈杂不适、不思饮食、四肢倦怠。

【用法与用量】 口服。一次8丸，一日3次。

【规格】 每8丸相当于饮片3g

【贮藏】 密封。

复方丹参胶囊

Fufang Danshen Jiaonang

【处方】 丹参 450g　　三七 141g
冰片 8g

【制法】 以上三味，三七粉碎成细粉；冰片用乙醇溶解，用倍他环糊精包合，备用；丹参用乙醇加热回流提取1.5小时，提取液滤过，滤液回收乙醇并浓缩至适量，备用；药渣用50%乙醇加热回流提取1.5小时，提取液滤过，滤液回收乙醇并浓缩至适量，备用；药渣加水煎煮2小时，煎液滤过，滤液浓缩至适量，与上述各浓缩液合并，浓缩，加入三七细粉，混匀，干燥，粉碎成细粉，再加入冰片倍他环糊精包合物，混匀，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕黄色至棕褐色的颗粒和粉末；气芳香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品内容物1g，研细，加乙醚15ml，超声处理5分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹参酮Ⅱ$_A$对照品、冰片对照品，分别加乙酸乙酯制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～4μl、对照品溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯(19：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在日光下检视。供试品色谱中，在与丹参酮Ⅱ$_A$对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。喷以2%香草醛硫酸溶液，在110℃加热数分钟，在日光下检视。供试品色谱中，在与冰片对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取三七含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取三七对照药材0.5g，加甲醇5ml，超声处理15分钟，取上清液作为对照药材溶液。再取三七皂苷R_1对照品、人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Rg_1对照品，分别加甲醇制成每1ml各含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照药材溶液和对照品溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以硫酸乙醇溶液(1→10)，在110℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **丹参**　丹参酮Ⅱ$_A$　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(73：27)为流动相；检测波长为270nm。理论板数按丹参酮Ⅱ$_A$峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取丹参酮Ⅱ$_A$对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞棕色瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率33kHz)15分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含丹参以丹参酮Ⅱ$_A$($C_{19}H_{18}O_3$)计，不得少于0.20mg。

丹酚酸B　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-甲醇-甲酸-水(10：30：1：59)为流动相；检测波长为286nm。理论板数按丹酚酸B峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取丹酚酸B对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含60μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.1g，精密称定，置25ml量瓶中，加70%乙醇约20ml，密塞，超声处理(功率300W，频率50kHz)20分钟，放冷，加70%乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含丹参以丹酚酸B($C_{36}H_{30}O_{16}$)计，不得少于5.0mg。

三七　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为203nm；柱温为30℃。理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于6000。

时间(min)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～20	20	80
20～55	20→46	80→54

对照品溶液的制备　取三七皂苷 R_1 对照品、人参皂苷 Rg_1 对照品、人参皂苷 Re 对照品、人参皂苷 Rb_1 对照品适量，精密称定，加乙醇制成每 1ml 含三七皂苷 R_1 0.1mg、人参皂苷 Rg_1 0.4mg、人参皂苷 Re 0.1mg、人参皂苷 Rb_1 0.4mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水饱和的正丁醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 50kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用水饱和的正丁醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液 10ml，用氨试液洗涤 2 次，每次 10ml，分取正丁醇液，合并氨洗液，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 10ml，正丁醇提取液与上述正丁醇液合并，蒸干，残渣用乙醇溶解并转移至 5ml 量瓶中，加乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含三七以三七皂苷 R_1（$C_{47}H_{80}O_{18}$）、人参皂苷 Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）、人参皂苷 Re（$C_{48}H_{82}O_{18}$）和人参皂苷 Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）的总量计，不得少于 5.9mg。

【功能与主治】 活血化瘀，理气止痛。用于气滞血瘀所致的胸痹，症见胸闷、心前区刺痛；冠心病、心绞痛见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次 3 粒，一日 3 次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每粒装 0.3g

【贮藏】 密封。

复方金钱草颗粒

Fufang Jinqiancao Keli

【处方】 广金钱草 218g　　车前草 109g
光石韦 109g　　玉米须 54.5g

【制法】 以上四味，广金钱草、车前草、玉米须加水煎煮二次，第一次 2 小时，第二次 1 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.16～1.22（70℃）的清膏；光石韦加水煎煮二次，第一次 2 小时，第二次 1 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.16～1.22（70℃）的清膏，放冷，加 1.5 倍量乙醇，搅匀，静置 24 小时，取上清液，回收乙醇，浓缩至适量，与上述清膏混匀，加蔗糖约 975g，制成颗粒，干燥，制成 1000g〔规格（1）〕；或与上述清膏混匀，继续浓缩至适量，加入糊精、乳糖各约 137g 及甜菊素适量，制成颗粒，干燥，制成 300g〔规格（2）〕，即得。

【性状】 规格（1）：本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；气香，味甜。

规格（2）：本品为棕色至棕褐色的颗粒；气香，味微甜。

【鉴别】 （1）取本品 10g〔规格（1）〕或 3g〔规格（2）〕，研细，加乙醇 15ml，加热回流 20 分钟，滤过，取滤液 1ml，加盐酸 2～4 滴，再加少量镁粉，置水浴中加热数分钟，溶液变红色。

（2）取本品 20g〔规格（1）〕或 6g〔规格（2）〕，研细，加甲醇 40ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇适量使溶解，加聚酰胺适量吸附，置聚酰胺柱（30～60 目，柱内径 1cm，高约 20cm，湿法装柱）上，用水 600ml 洗脱至洗脱液无色，弃去水液，再用 50% 乙醇 60ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取广金钱草对照药材 4.4g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 5～10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-水-甲醇（8∶2∶3∶0.4）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5% 香草醛硫酸溶液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品 20g〔规格（1）〕或 6g〔规格（2）〕，研细，加甲醇 20ml，超声处理 10 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取芒果苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各1～2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-甲酸-水（10∶1∶1∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1% 三氯化铝乙醇溶液，在 105℃ 加热约 5 分钟，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分**　规格（1）：不得过 6.0%；规格（2）：不得过 8.0%（附录Ⅸ H）。

其他　应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.2% 磷酸溶液（13∶87）为流动相；检测波长为 318nm。理论板数按芒果苷峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备　取芒果苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约 2g〔规格（1）〕或 0.6g〔规格（2）〕，精密称定，置 50ml 量瓶中，加稀乙醇 40ml，超声处理（功率 320W，频率 40kHz）5 分钟，加稀乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含光石韦以芒果苷（$C_{19}H_{18}O_{11}$）计，不得少于 1.2mg。

【功能与主治】 清热利湿，通淋排石。用于湿热下注所致的热淋、石淋，症见尿频、尿急、尿痛、腰痛；泌尿系结石、尿

路感染见上述证候者。

【用法与用量】 开水冲服。一次1～2袋,一日3次。

【规格】 (1)每袋装10g　(2)每袋装3g(无蔗糖)

【贮藏】 密封。

注　光石韦　本品为水龙骨科植物光石韦 *Pyrrosia calvata* (Bak.)Ching 的干燥叶。

保　和　片

Baohe Pian

【处方】 焦山楂 500g　六神曲(炒)166.7g
姜半夏 166.7g　茯苓 166.7g
陈皮 83.3g　连翘 83.3g
炒麦芽 83.3g　炒莱菔子 83.3g

【制法】 以上八味,六神曲粉碎成细粉;焦山楂加水温浸(40～50℃)24小时,浸出液浓缩至相对密度为1.15～1.20(60℃)的清膏,加4倍量80%乙醇,静置,取上清液,回收乙醇并浓缩至稠膏状;陈皮蒸馏提取挥发油,收集挥发油;蒸馏后的水溶液另器收集,药渣与其余半夏等五味加水煎煮二次,第一次1.5小时,第二次1小时,合并煎液,滤过,滤液加入陈皮蒸馏后的水溶液,浓缩成稠膏,与六神曲细粉和焦山楂稠膏混匀,干燥,粉碎,制颗粒,干燥,喷加陈皮挥发油,混匀,密闭,压制成1000片,或包薄膜衣,即得。

【性状】 本品为深棕色的片;或为薄膜衣片,除去包衣后显深棕色;味酸、微苦。

【鉴别】 (1)取本品4片,薄膜衣片除去包衣,研细,加甲醇50ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用稀盐酸调节pH值至1～2,用乙酸乙酯振摇提取3次,每次20ml,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取山楂对照药材2g,加适量水煎煮1小时,滤过,滤液浓缩至约20ml,自"用稀盐酸调节pH值至1～2"起,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(12:7:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%三氯化铁乙醇溶液,在110℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

(2)取本品4片,薄膜衣片除去包衣,研细,加乙醇50ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取陈皮对照药材0.5g,加乙醇30ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇2ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液3～5μl、对照药材溶液1μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展开,展距3cm,取出,晾干,再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液为展开剂,展开,展距约8cm,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取半夏对照药材0.5g,加甲醇30ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(30:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%磷钼酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

(4)取本品4片,薄膜衣片除去包衣,研细,加甲醇50ml,加热回流30分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用乙酸乙酯振摇提取3次,每次20ml,合并乙酸乙酯提取液,回收溶剂至约1ml,加入中性氧化铝(100～200目)1g,拌匀,蒸干,加在中性氧化铝柱(100～200目,2g,内径为1cm)上,用70%甲醇20ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取连翘苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液6～10μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(60:5:10:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%磷酸溶液(17:83)为流动相;检测波长为283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取橙皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含20μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品20片,薄膜衣片除去包衣,精密称定,研细,取约1g,精密称定,置平底烧瓶中,精密加入甲醇25ml,密塞,称定重量,加热回流1.5小时,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计,不得少于0.13mg。

【功能与主治】 消食,导滞,和胃。用于食积停滞,脘腹胀满,嗳腐吞酸,不欲饮食。

【用法与用量】 口服。一次4片,一日3次。

【规格】 薄膜衣片　每片重0.4g

【贮藏】 密封。

保和颗粒

Baohe Keli

【处方】 焦山楂 333g　　六神曲(炒)111g
姜半夏 111g　　茯苓 111g
陈皮 56g　　连翘 56g
炒麦芽 56g　　炒莱菔子 56g

【制法】 以上八味，陈皮和连翘蒸馏提取挥发油，收集挥发油，备用；药渣和药液与其余焦山楂等六味加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩至约2000ml，静置，取上清液，继续浓缩至适量，加入蔗糖、糊精适量，混匀，制颗粒，干燥，加入陈皮和连翘的挥发油，混匀，制成1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至黄褐色的颗粒；气微香，味微酸、甜。

【鉴别】 (1)取本品9g，研细，加甲醇50ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用稀盐酸调pH值至1～2，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取山楂对照药材2g，加适量水煎煮1小时，滤过，滤液浓缩至约20ml，自"用稀盐酸调pH值至1～2"起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(12：7：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铁乙醇溶液，在110℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(2)取本品9g，研细，加乙醇50ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取陈皮对照药材0.5g，加乙醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇2ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液3～5μl、对照药材溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水(100：17：13)为展开剂，展开，展距3cm，取出，晾干，再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20：10：1：1)的上层溶液为展开剂，展开，展距约8cm，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取半夏对照药材0.5g，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl和对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(30：1：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%磷钼酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(4)取本品9g，研细，加甲醇50ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，回收溶剂至约1ml，加入中性氧化铝(100～200目)1g，拌匀，蒸干，加在中性氧化铝柱(100～200目，2g，柱内径为1cm)上，用70%甲醇20ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取连翘苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液6～10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(60：5：10：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录 Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(17：83)为流动相；检测波长为283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约5g，精密称定，置平底烧瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，加热回流1.5小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计，不得少于0.40mg。

【功能与主治】 消食，导滞，和胃。用于食积停滞，脘腹胀满，嗳腐吞酸，不欲饮食。

【用法与用量】 开水冲服。一次4.5g，一日2次；小儿酌减。

【规格】 每袋装4.5g

【贮藏】 密封。

保济口服液

Baoji Koufuye

【处方】 钩藤 3.4g　　菊花 6.8g
蒺藜 3.4g　　厚朴 13.6g

木香 13.6g	苍术 13.6g
天花粉 10.2g	广藿香 13.6g
葛根 13.6g	化橘红 6.8g
白芷 13.6g	薏苡仁 17.1g
稻芽 10.2g	薄荷 6.8g
茯苓 27.3g	广东神曲 13.6g

【制法】 以上十六味，木香、苍术、薄荷、广藿香、化橘红用水蒸气蒸馏2小时，收集挥发油另器保存；药渣和提油后的水溶液加水煎煮二次，每次1.5小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至相对密度为1.08～1.12(60℃)，放冷，加入乙醇使含醇量达45%，静置过夜，滤过，回收乙醇，浓缩成清膏，备用；钩藤、蒺藜、菊花、厚朴、广东神曲加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1.5小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.02～1.05(60℃)，放冷，加入乙醇使含醇量达40%，静置过夜，滤过，回收乙醇并浓缩成清膏，备用；取薏苡仁、稻芽加水煎煮二次，每次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.02～1.05(60℃)，放冷，加入乙醇使含醇量达45%，静置过夜，滤过，回收乙醇，浓缩成清膏，备用；取茯苓、天花粉、白芷、葛根加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.02～1.05(60℃)，放冷，加入乙醇使含醇量达60%，静置过夜，滤过，回收乙醇，浓缩成清膏，备用。取上述清膏混合，加入水适量，搅拌均匀，加入蔗糖90g，加热，搅拌，并煮沸0.5小时，滤过，滤液加入适量水并放冷至60℃以下，加入已调配好的挥发油[挥发油：聚山梨酯80(1：6)]，加水至1000ml，混匀，即得。

【性状】 本品为黄棕色至深棕色的澄清液体；味甘、微辛、苦。

【鉴别】 (1)取本品40ml，加水40ml，混匀，用乙醚振摇提取3次，每次40ml，合并乙醚提取液(水溶液备用)，挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白芷对照药材0.5g，加水适量，煎煮2小时，放冷，滤过，滤液用乙醚振摇提取2次，每次40ml，合并乙醚提取液，挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液6μl、对照药材溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上使成条状，以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸(16：4：1.5)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显两个或两个以上相同颜色的荧光斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取化橘红对照药材0.5g，加乙酸乙酯20ml，加热回流20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液6μl、对照药材溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上使成条带状，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(10：7：2.5)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显两个或两个以上相同颜色的荧光斑点。

(3)取〔鉴别〕(1)项下的备用水溶液，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次40ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取葛根对照药材1g，加甲醇5ml，超声处理20分钟，滤过，滤液置水浴上浓缩至约2ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液4μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一用0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上使成条状，以三氯甲烷-甲醇-水(70：25：4)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品80ml，通过聚酰胺柱(100～200目，3g，内径2cm，湿法装柱)，先后分别用水250ml、30%甲醇150ml和50%甲醇100ml洗脱，收集50%甲醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液14μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上使成条状，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇(14：2：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，在100℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **相对密度** 应不低于1.02(附录Ⅶ A)。

pH值 应为3.5～5.5(附录Ⅶ G)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(25：75)为流动相；检测波长为250nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取葛根素对照品适量，加50%甲醇制成每1ml含葛根素33μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品3ml，通过已处理好的C_{18}小柱(500mg，先用甲醇10ml冲洗，再用水10ml冲洗)，依次用水和50%甲醇各15ml进行洗脱，收集50%甲醇洗脱液，蒸干，残渣用50%甲醇溶解并转移至10ml量瓶中，用50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1ml含葛根以葛根素($C_{21}H_{20}O_9$)计，不得少于90μg。

【功能与主治】 解表，祛湿，和中。用于暑湿感冒，症见发热头痛、腹痛腹泻、恶心呕吐、肠胃不适；亦可用于晕车晕船。

【用法与用量】 口服。一次10～20ml，一日3次，儿童酌减。

【注意】 孕妇忌服。

【规格】 每瓶装10ml

【贮藏】 密封，置阴凉处。

活血止痛胶囊

Huoxue Zhitong Jiaonang

【处方】 当归 222g　三七 44g

醋乳香 44g　冰片 11g

土鳖虫 111g　煅自然铜 67g

【制法】 以上六味，除冰片外，其余当归等五味粉碎成细粉；将冰片研细，与上述粉末配研，混匀，装入胶囊，制成 1000 粒〔规格(1)〕、1350 粒〔规格(2)〕或 2000 粒〔规格(3)〕；或将冰片研细，加入微粉硅胶适量，与上述粉末配研，过筛，混匀，装入胶囊，制成 2000 粒〔规格(3)〕，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为棕色至灰褐色的粉末；气香，味辛、苦、凉。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：薄壁细胞纺锤形，壁略厚，有极微细的斜向交错纹理(当归)。体壁碎片黄色或棕红色，有圆形毛窝，直径 8～24μm，可见长短不一的刚毛(土鳖虫)。

(2)取本品内容物 0.1g，加稀盐酸 1ml，加热煮沸数分钟，滤过，滤液显铁盐的鉴别反应(附录Ⅳ)。

(3)取本品内容物 6g，加乙醚 40ml，超声处理 10 分钟，滤过，药渣备用，滤液挥去乙醚，残渣加乙醇 2ml 使溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取当归对照药材 1g，加乙醚 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(9：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下乙醚提取后的药渣，挥尽乙醚，加甲醇 30ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 15ml，合并正丁醇提取液，用水洗涤 2 次，每次 10ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取三七对照药材 1g，加甲醇 30ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙酸乙酯-水(4：1：5)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光 (365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的主斑点；紫外光下显相同颜色的荧光主斑点。

(5)取本品内容物 1g，加石油醚(30～60℃)15ml，超声处理 2～3 分钟，滤过，滤液挥散至 1ml，作为供试品溶液。另取冰片对照品，加石油醚(30～60℃)制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚(30～60℃)-乙酸乙酯(19：2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热数分钟至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **重金属及有害元素** 取本品，依法(附录Ⅸ B)测定。

本品含铅量不得过 60μg/g；含砷量不得过 300μg/g；含汞量不得过 12μg/g。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 203nm。理论板数按人参皂苷 Rg_1峰计算应不低于 4000。

时间(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0～30	19	81
30～45	19→22	81→78
45～51	22	78
51～75	22→31	78→69
75～85	31→90	69→10

对照品溶液的制备 取人参皂苷 Rg_1 对照品、人参皂苷 Rb_1 对照品和三七皂苷 R_1 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含人参皂苷 Rg_1 0.4mg、人参皂苷 Rb_1 0.4mg、三七皂苷 R_1 0.1mg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 30 粒〔规格(1)〕、40 粒〔规格(2)〕或 50 粒〔规格(3)〕的内容物，精密称定，混匀，研细，取约 5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水饱和的正丁醇 50ml，密塞，称定重量，加热回流 2 小时，放冷，再称定重量，用水饱和的正丁醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25ml，置分液漏斗中，用正丁醇饱和的氨试液洗涤 2 次(15ml，10ml)，弃去氨洗液，再用正丁醇饱和的水洗涤 2 次(15ml，10ml)，正丁醇液蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含三七以人参皂苷 Rg_1 ($C_{42}H_{72}O_{14}$)、人参皂苷 Rb_1 ($C_{54}H_{92}O_{23}$)和三七皂苷 R_1 ($C_{47}H_{80}O_{18}$)的总量计，规格(1)不得少于 1.65mg；规格(2)不得少于 1.22mg；规格(3)不得少于 0.82mg。

【功能与主治】 活血散瘀，消肿止痛。用于跌打损伤，瘀血肿痛。

【用法与用量】 用温黄酒或温开水送服。规格(1)：一次 3 粒，一日 2 次；规格(2)：一次 4 粒，一日 2 次；规格(3)：一次 6 粒，一日 2 次，或一次 4 粒，一日 3 次。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 (1)每粒装0.5g (2)每粒装0.37g (3)每粒装0.25g

【贮藏】 密封。

脉管复康片

Maiguan Fukang Pian

【处方】 丹参526.24g　鸡血藤526.24g
郁金210.50g　乳香84.2g
没药84.2g

【制法】 以上五味,乳香、没药、郁金粉碎成细粉;丹参、鸡血藤加水煎煮三次,第一次1.5小时,第二、三次每次各1小时,煎液滤过,滤液合并,浓缩至相对密度为1.35～1.40(60℃),加入上述细粉,混匀,制颗粒,干燥,加入适量硬脂酸镁,混匀,压制成2000片,包糖衣;或压制成1000片,包薄膜衣,即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显棕褐色;气微香,味甘、微苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:糊化淀粉粒团块近无色,呈类多角形、类方形或类圆形(郁金)。

(2)取本品糖衣片8片或薄膜衣片4片,除去包衣,研细,加水25ml,超声处理30分钟,离心,取上清液,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次20ml,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取丹参对照药材1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5～10μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5：5：1)为展开剂,在10℃以下展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品糖衣片6片或薄膜衣片3片,除去包衣,研细,加甲醇5ml,超声处理10分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取乳香对照药材0.1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各4～6μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(19：1)为展开剂,在15℃以下展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,放置30分钟以上,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 **崩解时限** 取本品,依法(附录Ⅻ A)检查。各片均应在90分钟内完全崩解。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-甲酸-水(30：10：1：59)为流动相;检测波长为286nm。理论板数按丹酚酸B峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取丹酚酸B对照品适量,精密称定,加75%甲醇制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品10片,除去包衣,精密称定,研细,取约0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入75%甲醇25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率50W,频率50kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用75%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液5～10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含丹参以丹酚酸B($C_{36}H_{30}O_{16}$)计,糖衣片不得少于2.5mg;薄膜衣片不得少于5.0mg。

【功能与主治】 活血化瘀、通经活络。用于瘀血阻滞,脉络不通引起的脉管炎、硬皮病、动脉硬化性下肢血管闭塞症,对冠心病、脑血栓后遗症属上述证候者也有一定治疗作用。

【用法与用量】 口服。规格(1):一次8片,一日3次;规格(2):一次4片,一日3次。

【注意】 经期减量,孕妇及肺结核患者遵医嘱服用。

【规格】 (1)糖衣片(片心重0.3g,相当于饮片0.7g)
(2)薄膜衣片　每片重0.6g(相当于饮片1.4g)

【贮藏】 密封。

冠心苏合胶囊

Guanxin Suhe Jiaonang

【处方】 苏合香25g　冰片52.5g
醋乳香52.5g　檀香105g
土木香105g

【制法】 以上五味,醋乳香、冰片、檀香、土木香分别粉碎成细粉;苏合香与上述粉末配研,与适量的淀粉混匀,装入胶囊,制成1000粒。或以上五味,醋乳香、檀香、土木香粉碎成细粉;混匀,苏合香用适量的乙醇调匀,加入上述细粉中,加入适量淀粉浆,制颗粒,干燥;将冰片加入适量淀粉,粉碎成细粉,与上述颗粒混匀,装入胶囊,制成1000粒,即得。

【性状】 本品为硬胶囊,内容物为浅棕色的粉末;或为棕黄色至棕褐色的颗粒和粉末;气香,味苦、凉。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:含晶细胞方形或长方形,壁厚,木化,胞腔含草酸钙方晶(檀香)。

(2)取本品0.4g,加乙酸乙酯20ml,超声处理20分钟,滤过,滤液浓缩至2ml,作为供试品溶液。另取苏合香对照药材,加乙酸乙酯制成每1ml含25μl的溶液,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(19：1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(254nm)下检

视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取乳香对照药材50mg，研细，加乙酸乙酯15ml，超声处理20分钟，滤过，滤液浓缩至2ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-正己烷-甲酸乙酯-无水甲酸(10∶30∶15∶0.8)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)土木香含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取土木香对照药材0.1g，加乙酸乙酯5ml，超声处理20分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照土木香含量测定项下的方法试验，分别吸取上述两种溶液各1μl，注入气相色谱仪。供试品色谱中应呈现与对照药材色谱峰保留时间相对应的两个主色谱峰。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **土木香** 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 聚乙二醇20 000(PEG-20M)毛细管柱(柱长为30m，柱内径为0.32mm，膜厚度为0.25μm)；柱温为程序升温，初始温度为190℃，保持50分钟，以每分钟120℃的速率升温至240℃，保持10分钟。理论板数按土木香内酯峰计算应不低于13 000。

对照品溶液的制备 取土木香内酯对照品适量，精密称定，加乙酸乙酯制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，取约1.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水饱和的乙酸乙酯25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率300W，频率50kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用乙酸乙酯补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含土木香以土木香内酯($C_{15}H_{20}O_2$)计，不得少于0.45mg。

冰片 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 聚乙二醇20 000(PEG-20M)毛细管柱(柱长为30m，柱内径为0.32mm，膜厚度为0.25μm)；柱温为140℃。理论板数按正十五烷峰计算应不低于10 000。

校正因子测定 取正十五烷适量，精密称定，加乙酸乙酯制成每1ml含7mg的溶液，作为内标溶液。另取冰片对照品10mg，精密称定，置5ml量瓶中，精密加入内标溶液1ml，加乙酸乙酯至刻度，摇匀，吸取1μl，注入气相色谱仪，测定，计算校正因子。

测定法 精密量取土木香含量测定项下的供试品溶液1ml，置5ml量瓶中，精密加入内标溶液1ml，加乙酸乙酯至刻度，摇匀，吸取1μl，注入气相色谱仪，测定，以龙脑、异龙脑峰面积之和计算冰片的含量，即得。

本品每粒含冰片($C_{10}H_{18}O$)应为40.0～60.0mg。

【功能与主治】 理气，宽胸，止痛。用于寒凝气滞、心脉不通所致的胸痹，症见胸闷、心前区疼痛；冠心病心绞痛见上述证候者。

【用法与用量】 含服或吞服。一次2粒，一日1～3次。临睡前或发病时服用。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 每粒装0.35g

【贮藏】 密封。

速效救心丸

Suxiao Jiuxin Wan

【处方】 川芎　　冰片

【性状】 本品为棕黄色的滴丸；气凉，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品0.5g，研碎，加乙酸乙酯10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取川芎对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2～4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧色斑点。

(2)取本品0.5g，研细，加无水乙醇10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取冰片对照品，加无水乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2～6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(17∶3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **溶散时限** 取本品6丸，加档板，照崩解时限检查法(附录Ⅻ A)检查。各丸均应在10分钟内完全溶散并通过筛网。

其他 应符合滴丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ K)。

【含量测定】 **川芎** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸(30∶70∶1)为流动相；检测波长为321nm。理论板数按阿魏酸峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取阿魏酸对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含15μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取0.4g，精密称定，精密加入70%甲醇15ml，称定重量，加热回流45分钟，放

冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含川芎以阿魏酸（$C_{10}H_{10}O_4$）计，不得少于15.0μg。

冰片　照气相色谱法（附录Ⅵ E）测定。

色谱条件与系统适用性试验　聚乙二醇20000（PEG-20M）毛细管柱（柱长为30m，柱内径为0.53mm，膜厚度为1.0μm）；柱温为150℃；进样口温度为200℃；检测器温度为200℃；分流进样。理论板数按龙脑峰计算应不低于5000。

校正因子测定　取薄荷脑对照品适量，精密称定，加乙酸乙酯制成每1ml含2.5mg的溶液，作为内标溶液。另取龙脑对照品0.125g，精密称定，置50ml量瓶中，用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置10ml量瓶中，再精密加入内标溶液2ml和三氯甲烷1ml，用乙酸乙酯稀释至刻度，摇匀，吸取1μl，注入气相色谱仪，测定，计算校正因子。

测定法　取重量差异项下的本品，研细，取50mg，精密称定，置10ml量瓶中，加三氯甲烷1ml使溶解，精密加入内标溶液2ml，用乙酸乙酯稀释至刻度，摇匀，吸取1μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含冰片以龙脑（$C_{10}H_{18}O$）计，应为2.9～4.4mg。

【功能与主治】　行气活血，祛瘀止痛，增加冠脉血流量，缓解心绞痛。用于气滞血瘀型冠心病，心绞痛。

【用法与用量】　含服。一次4～6丸，一日3次；急性发作时，一次10～15丸。

【注意】　孕妇禁用。寒凝血瘀、阴虚血瘀胸痹心痛不宜单用。有过敏史者慎用。伴有中重度心力衰竭的心肌缺血者慎用。在治疗期间，心绞痛持续发作，宜加用硝酸酯类药。

【规格】　每丸重40mg。

【贮藏】　密封，置阴凉干燥处。

热炎宁合剂

Reyanning Heji

【处方】　蒲公英372g　　虎杖372g

北败酱372g　　半枝莲186g

【制法】　以上四味，加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，煎液滤过，滤液合并，减压浓缩至1000ml，加入甜菊素1.5g、羟苯乙酯0.5g，混匀，即得。

【性状】　本品为棕色至棕褐色液体；味甜、微苦。

【鉴别】　（1）取本品10ml，加2.5mol/L硫酸溶液10ml与三氯甲烷20ml，加热回流30分钟，放冷，分取三氯甲烷液，水溶液再用三氯甲烷振摇提取2次，每次15ml，合并三氯甲烷提取液，回收溶剂至干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取虎杖对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液和对照品溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（15：2：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（2）取本品适量，离心，取上清液20ml，通过D101型大孔吸附树脂柱（柱内径为1.2cm，柱高为20cm），先后分别用10%乙醇和20%乙醇各100ml洗脱，收集20%乙醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取咖啡酸对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液5～15μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（15：6：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铝乙醇溶液，在105℃加热5分钟，放冷，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】　**相对密度**　应不低于1.03（附录Ⅶ A）。

pH值　应为4.0～6.0（附录Ⅶ G）。

其他　应符合合剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ J）。

【含量测定】　**大黄素**　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液（85：15）为流动相；检测波长为254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取大黄素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含15μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　精密量取本品10ml，置圆底烧瓶中，加20%盐酸溶液10ml与三氯甲烷20ml，加热回流1小时，放冷，溶液转移至分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，洗液并入同一分液漏斗中，分取三氯甲烷液，酸水溶液再用三氯甲烷振摇提取3次，每次20ml，合并三氯甲烷液，减压回收三氯甲烷，残渣加甲醇适量，微热使溶解，放冷，转移至50ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液10ml，置100ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1ml含虎杖以大黄素（$C_{15}H_{10}O_5$）计，不得少于0.15mg。

虎杖苷　避光操作。照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（23：77）为流动相；检测波长为306nm。理论板数按虎杖苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取虎杖苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　精密量取本品10ml，置100ml量瓶中，用70%乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取10ml，置100ml量瓶中，加70%乙醇至刻度，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1ml含虎杖以虎杖苷($C_{20}H_{22}O_8$)计，不得少于0.35mg。

【功能与主治】　清热解毒。用于外感风热、内郁化火所致的风热感冒、发热、咽喉肿痛，口苦咽干、咳嗽痰黄、尿黄便结；化脓性扁桃体炎，急性咽炎、急性支气管炎、单纯性肺炎见上述证候者。

【用法与用量】　口服。一次10～20ml，一日2～4次；或遵医嘱。

【规格】　每瓶装100ml

【贮藏】　密封，置阴凉处。

健脾生血颗粒

Jianpi Shengxue Keli

【处方】

党参 45g	茯苓 45g
炒白术 27g	甘草 13.5g
黄芪 22.5g	山药 54g
炒鸡内金 22.5g	醋龟甲 13.5g
山麦冬 45g	醋南五味子 27g
龙骨 13.5g	煅牡蛎 13.5g
大枣 22.5g	硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)20g

【制法】　以上十四味，除硫酸亚铁外，龙骨、煅牡蛎、醋龟甲、炒鸡内金加水煎煮二次，每次4小时，煎液滤过，滤液合并，静置，取上清液，备用；其余黄芪等九味，加水煎煮三次，每次2小时，煎液滤过，滤液合并，静置，取上清液与上述备用上清液合并，滤过，滤液浓缩至相对密度约为1.30(55～65℃)，加入蔗糖粉、硫酸亚铁、维生素C 10.1g及枸橼酸0.9g，混匀，制颗粒，干燥，制成1000g，即得。

【性状】　本品为灰黄色至棕色的颗粒；气微，味甜、微腥酸。

【鉴别】　(1)取本品5g，研细，加稀盐酸1滴与水20ml，振摇使溶解，滤过，滤液中加1%邻二氮菲的乙醇溶液数滴，即显深红色。

(2)取本品20g，研细，加水饱和的正丁醇100ml，超声处理1小时，滤过，滤液用1%氢氧化钠溶液洗涤3次，每次35ml，继续用正丁醇饱和的水洗至中性，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13∶7∶2)10℃以下放置过夜的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热约5分钟，分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，日光下显相同的棕褐色斑点；紫外光(365nm)下显相同的橙黄色荧光斑点。

(3)取本品10g，研细，加三氯甲烷30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加丙酮1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白术对照药材0.5g，加三氯甲烷15ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮(19∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的蓝色荧光斑点。

(4)取本品6g，研细，加乙醚30ml，加热回流1小时，滤过，弃去滤液，滤渣挥干，加甲醇30ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣用水20ml溶解，用正丁醇振摇提取3次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用水洗涤3次，每次20ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-乙醇-浓氨试液(10∶4∶3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】　照原子吸收分光光度法(附录Ⅴ D)测定。

对照品溶液的制备　取铁单元素标准溶液适量，用水稀释成每1ml含铁100μg的溶液，作为标准溶液。精密量取标准溶液1.0、1.5、2.0、2.5和3.0ml，分别置25ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取1g，精密称定，置100ml量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置25ml量瓶中，加水至刻度，摇匀，即得。

测定法　取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法(附录Ⅴ D第一法)，在248.3nm的波长处测定，计算，即得。

本品每1g含硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)以铁(Fe)计，应为3.6～4.6mg。

【功能与主治】　健脾和胃，养血安神。用于小儿脾胃虚弱及心脾两虚型缺铁性贫血；成人气血两虚型缺铁性贫血。症见面色萎黄或晄白，食少纳呆，腹胀脘闷，大便不调，烦躁多汗，倦怠乏力，舌胖色淡，苔薄白，脉细弱。

【用法与用量】 饭后用开水冲服。一岁以内一次 2.5g（半袋）；一至三岁一次 5g(1 袋)；三至五岁一次 7.5g(1.5 袋)；五至十二岁一次 10g(2 袋)；成人一次 15g(3 袋)；一日 3 次或遵医嘱。

【注意】 忌茶；勿与含鞣酸类药物合用。服药期间，部分患儿可出现牙齿颜色变黑，停药后可逐渐消失；少数患儿服药后，可见短暂性食欲下降，恶心，呕吐，轻度腹泻，多可自行缓解。

【规格】 每袋装 5g

【贮藏】 密封。

益母草片

Yimucao Pian

【处方】 本品为益母草制成的浸膏片。

【制法】 取益母草，切碎，加水煎煮二次，每次 2 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至每 1g 含盐酸水苏碱 20mg 以上的浸膏，用乙醇提取三次，减压回收乙醇至每 1g 益母草浸膏含盐酸水苏碱 150mg 以上(按附注方法测定)。每 100g 浸膏，加微晶纤维素、淀粉、氢氧化铝等辅料适量，制成颗粒，压制成 1000 片或 500 片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕黄色至棕褐色；味略苦。

【鉴别】 取本品 5 片，除去包衣，研细，加沸水 30ml 使溶解，放冷，离心(转速为每分钟 3000 转)，取上清液，加在聚酰胺柱(800～100 目，3g，湿法装柱)上，用水 50ml 洗脱，弃去水洗脱液，再用 20%乙醇 50ml 洗脱，弃去 20%乙醇洗脱液，继用 70%乙醇 50ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，离心，取上清液作为供试品溶液。另取益母草对照药材 1g，加水煎煮 1 小时，放冷，滤过，滤液浓缩至约 30ml，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 30ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一高效硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5：3：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1%三氯化铝乙醇溶液，在 105℃加热约 5 分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 强阳离子交换(SCX)色谱柱；以乙腈-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液-磷酸(15：85：0.15)为流动相；检测波长为 192nm。理论板数按盐酸水苏碱峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取盐酸水苏碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 10 片，除去包衣，精密称定，研细，取约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 0.5%盐酸甲醇溶液 25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250W，频率 33kHz)30 分钟，放冷，再称定重量，用 0.5%盐酸甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含益母草以盐酸水苏碱($C_7H_{13}NO_2 \cdot HCl$)计，小片不得少于 9.0mg，大片不得少于 18.0mg。

【功能与主治】 活血调经。用于血瘀所致的月经不调、产后恶露不绝，症见月经量少、淋漓不净、产后出血时间过长；产后子宫复旧不全见上述证候者。

【用法与用量】 口服。小片一次 3～4 片，一日 2～3 次；大片一次 1～2 片，一日 3 次。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 (1)糖衣片(片心重 0.25g) (2)薄膜衣片 每片重 0.28g (3)薄膜衣片 每片重 0.6g

【贮藏】 密封。

注：益母草浸膏含量测定方法 取浸膏约 0.5g，精密称定，置烧杯中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 5ml，浸泡后搅匀，分次用 0.1mol/L 盐酸溶液将混悬物移入 50ml 量瓶中，至体积约为 40ml，密塞，振摇 15 分钟，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 20ml，置 100ml 烧杯中，加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml，在水浴上加热至 50～60℃，滴加新配制的硫氰酸铬铵溶液(1.5→100)20ml，充分搅拌，放冷，置水浴中搅拌 10 分钟，在冰箱中放置过夜，用称定重量的 4 号垂熔坩埚滤过，沉淀用冰冷的 0.05mol/L 盐酸溶液(每 100ml 中加入上述硫氰酸铬铵溶液 10 滴)20ml 分次洗涤，抽干，于 80℃干燥 30 分钟，再于 105℃干燥至恒重，即得。每 1mg 沉淀相当于 0.3885mg 盐酸水苏碱。

益母草胶囊

Yimucao Jiaonang

【处方】 益母草 2500g

【制法】 取益母草，切碎，加水煎煮三次，第一次 1 小时，第二、三次每次 1 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.14～1.18(60～70℃)，放冷，加入等量的乙醇，搅匀，静置 12 小时，滤过，滤渣用 45%乙醇洗涤，洗液与滤液合并，减压回收乙醇，浓缩成稠膏，加入适量的淀粉，混匀，于 60～80℃干燥，粉碎，过筛，装入胶囊，制成 1000 粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为浅棕黄色至黄褐色的粉末；味苦。

【鉴别】 取本品内容物0.7g，加乙醇30ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液浓缩至5ml，加在已处理好的活性炭-中性氧化铝柱（活性炭0.5g；氧化铝100～120目，2g，柱内径为10mm）上，用乙醇30ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取盐酸水苏碱对照品，加乙醇制成每1ml含5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-盐酸-水（4∶1∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ L）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 强阳离子交换（SCX）色谱柱；以15mmol/L磷酸二氢钾溶液（含0.05%三乙胺，0.1%磷酸，调节pH值至2.30）为流动相；检测波长为192nm。理论板数按盐酸水苏碱峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取盐酸水苏碱对照品适量，精密称定，加水制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，取1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水100ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率33kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含益母草以盐酸水苏碱（$C_7H_{13}NO_2 \cdot HCl$）计，不得少于6.2mg。

【功能与主治】 活血调经。用于血瘀所致的月经不调、产后恶露不绝，症见经水量少，淋漓不净、产后出血时间过长；产后子宫复旧不全见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次2～4粒，一日3次。

【注意】 孕妇禁用。

【规格】 每粒装0.36g（相当于饮片2.5g）

【贮藏】 密封。

消痛贴膏

Xiaotong Tiegao

本品系藏族验方。由独一味、姜黄等药味加工而成。

【性状】 本品为附在胶布上的药芯袋，内容物为黄色至黄褐色的粉末；具特殊香气。湿润剂为黄色至橙黄色的液体；气芳香。

【鉴别】 **药芯袋** （1）取本品内容物2g，加乙醇10ml，加热回流10分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取独一味对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（8∶2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以磷钼酸试液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品内容物2.5g，加甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取姜黄素对照品，加甲醇制成每1ml含0.15mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-甲醇-冰醋酸（30∶3∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

湿润剂 （3）取本品5ml，置具塞试管中，加乙酸乙酯5ml，振摇1分钟，静置，取上层液，滤过，滤液作为供试品溶液。另取冰片对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照气相色谱法（附录Ⅵ E）试验，以聚乙二醇20 000（PEG-20M）为固定相的毛细管柱（柱长为30m，柱内径为0.32mm，膜厚度为0.25μm），柱温为程序升温，起始温度为50℃，保持4分钟后，以每分钟50℃的速率升温至190℃。吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入气相色谱仪。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【检查】 **药芯袋** **装量差异** 取本品5贴，揭去覆盖膜，剥下药芯袋，分别精密称定每袋内容物的重量，每袋装量与标示装量相比较，平均装量不得少于标示装量，每袋装量不得少于标示装量的93%。

湿润剂 装量差异 取本品5袋，将内容物分别倒入经校正的干燥量筒内，尽量倾净，在室温下检视，每袋装量与标示装量相比较，平均装量不得少于标示装量，每袋装量不得少于标示装量的93%。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B；按下表中的规定进行梯度洗脱，柱温：25℃；检测波长为235nm。理论板数按山栀苷甲酯峰计算应不低于6000。

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～15	10	90
15～35	12→18	88→82
35～50	18→100	82→0
50～55	10	90

对照品溶液的制备 取山栀苷甲酯对照品、8-*O*-乙酰山栀苷甲酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含50μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取药芯袋装量差异项下的本品内容物（过三号筛）约0.8g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇25ml，称定重量，加热回流60分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，

即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每 1g 含独一味以山栀苷甲酯($C_{17}H_{26}O_{11}$)和 8-*O*-乙酰山栀苷甲酯($C_{19}H_{28}O_{12}$)的总量计，不得少于 0.60mg。

【功能与主治】　活血化瘀，消肿止痛。用于急慢性扭挫伤、跌打瘀痛、骨质增生、风湿及类风湿疼痛、落枕、肩周炎、腰肌劳损和陈旧性伤痛。

【用法与用量】　外用。将小袋内润湿剂均匀涂于药芯袋表面，润湿后直接敷于患处或穴位。每贴敷 24 小时。

【规格】　药芯袋　每贴装(1)1.2g　(2)1g

湿润剂　每袋装(1)2.5ml　(2)2.0ml

【贮藏】　密封。

通宣理肺颗粒

Tongxuan Lifei Keli

【处方】

紫苏叶 144g	前胡 96g
桔梗 96g	苦杏仁 72g
麻黄 96g	甘草 72g
陈皮 96g	半夏(制)72g
茯苓 96g	枳壳(炒)96g
黄芩 96g	

【制法】　以上十一味，紫苏叶蒸馏提取挥发油，收集挥发油；蒸馏后的水溶液另器收集；药渣与其余前胡等十味加水煎煮二次，每次 2 小时，煎液滤过，滤液合并，静置 6～8 小时，上清液与蒸馏后的水溶液合并，浓缩成稠膏，加蔗糖粉适量，混匀，制成颗粒；或上清液与蒸馏后的水溶液合并，浓缩至相对密度为 1.05～1.06(80～85℃)，加入蔗糖 640g 和糊精 210g，喷雾制颗粒，干燥，喷加紫苏叶挥发油，制成 1000g，即得。

【性状】　本品为黄棕色的颗粒；气香，味甜、微苦。

【鉴别】　(1)取本品 90g，置圆底烧瓶中，加水 250ml，连接挥发油测定器，自测定器上端加水至刻度并溢流入烧瓶中为止，再加石油醚(60～90℃)1.5ml，连接回流冷凝器，加热至沸并保持微沸 2 小时，放冷，取石油醚液作为供试品溶液。另取紫苏叶对照药材 0.7g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 5～10μl、对照药材溶液 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(19：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以二硝基苯肼试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取本品 10g，研细，加水 20ml，超声处理 10 分钟，用盐酸调节 pH 值至 3.5，用乙酸乙酯振摇提取 2 次，每次 15ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 1μl、对照品溶液 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水(7：1：2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品 5g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液浓缩至约 2ml，与适量硅藻土拌匀，再加甲醇 10ml，滤过，滤液浓缩至约 1ml，作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水(100：17：13)为展开剂，展开，展距约 3cm，取出，晾干，再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20：10：1：1)为展开剂，展开，展距约 8cm，取出，晾干，喷以 3%三氯化铝乙醇溶液，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品 2.5g，研细，加三氯甲烷-水-盐酸(10：10：3)46ml，加热回流 3 小时，滤过，分取三氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取桔梗对照药材 2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 5μl、对照药材溶液 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(3：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品 20g，加水 50ml 使溶解，离心，取上清液，通过 D101 型大孔吸附树脂柱(柱长 12cm，柱内径约 1cm，湿法装柱，用水 50ml 预洗)，用水洗至洗脱液近无色，再用 60%乙醇 30ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取甘草对照药材 0.5g，加水 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液浓缩至 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-乙醇-浓氨试液(10：4：3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以极性乙醚连接苯基键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.092%磷酸溶液(含 0.04%三乙胺和 0.02%二正丁胺)(1：99)为流动相；检测波长为 210nm。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备　取盐酸麻黄碱对照品、盐酸伪麻黄碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含盐酸麻黄碱 20μg、盐酸伪麻黄碱 6μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约 3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇

25ml，密塞，精密称定，超声处理（功率500W，频率40kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，加中性氧化铝（100～200目）2g，密塞，振摇5分钟，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5～10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含麻黄以盐酸麻黄碱（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）和盐酸伪麻黄碱（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）的总量计，不得少于1.35mg。

【功能与主治】　解表散寒，宣肺止咳。用于风寒束表、肺气不宣所致的感冒咳嗽，症见发热、恶寒、咳嗽、鼻塞流涕、头痛、无汗、肢体痠痛。

【用法与用量】　开水冲服。一次9g，一日2次。

【注意】　高血压、癫痫、中风、心律不齐患者慎用。

【规格】　每袋装9g

【贮藏】　密封。

黄连上清胶囊

Huanglian Shangqing Jiaonang

【处方】

黄连 8.78g	栀子（姜制）70.23g
连翘 70.23g	炒蔓荆子 70.23g
防风 35.11g	荆芥穗 70.23g
白芷 70.23g	黄芩 70.23g
菊花 140.46g	薄荷 35.11g
酒大黄 280.92g	黄柏（酒炙）35.11g
桔梗 70.23g	川芎 35.11g
石膏 35.11g	旋覆花 17.57g
甘草 35.11g	

【制法】　以上十七味，酒大黄、黄连粉碎成细粉；连翘、荆芥穗、薄荷加水蒸馏4小时，收集挥发油，挥发油用倍他环糊精包合，备用；蒸馏后的水溶液另器收集，其余栀子等十二味加水煎煮二次，每次2小时（第一次煎沸后加入黄芩），煎液滤过，滤液合并，与蒸馏后的水溶液合并，浓缩，加入酒大黄和黄连的细粉，制成颗粒，干燥，加入挥发油包合物，混匀，制成1000粒，即得。

【性状】　本品为硬胶囊，内容物为棕黄色至棕褐色的颗粒和粉末；气微香，味苦。

【鉴别】　（1）取本品内容物1g，研细，加甲醇10ml，加热回流15分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品适量，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水（6：3：1.5：1.5：0.3）为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（2）取本品内容物8g，研细，加乙醚80ml，加热回流1小时，滤过，弃去乙醚液，药渣挥尽乙醚，加乙酸乙酯80ml，加热回流1小时，滤过，滤液加活性炭1.5g，振摇，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（5：5：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（254nm）下检视；再喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，均显相同颜色的斑点。

（3）取本品内容物7g，研细，加甲醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml，微热使溶解，放冷，用乙醚振摇提取2次，每次25ml，弃去乙醚液，水溶液用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次25ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，10g，柱内径为10～20mm，湿法装柱）上，用40%甲醇100ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取连翘苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以醋酐-硫酸（20：1）的混合溶液，加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品内容物4g，研细，加甲醇40ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml，微热使溶解，放冷，用稀盐酸调节pH值至1～2，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次15ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水（5：3：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品内容物0.3g，研细，加甲醇20ml，浸渍1小时，滤过，取滤液5ml，蒸干，残渣加水10ml使溶解，再加盐酸1ml，加热回流30分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚提取液，蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.1g，同法制成对照药材溶液。再取大黄酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各1μl，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂硅胶H薄层板上，以石油醚（30～60℃）-甲酸乙酯-甲酸（15：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾

干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的5个橙黄色荧光斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同的橙黄色荧光斑点。置氨蒸气中熏后，在日光下检视，斑点显红色。

（6）取本品内容物4g，研细，加1%碳酸氢钠溶液50ml，超声处理30分钟，离心，取上清液，用稀盐酸调节pH值至2～3，用乙醚振摇提取2次，每次25ml，合并乙醚提取液，挥干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取阿魏酸对照品适量，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液4μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸（4：3：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁溶液与1%铁氰化钾溶液等量的混合溶液（临用时配制），在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（7）取本品内容物8g，研细，加乙醚50ml，超声处理30分钟，滤过，弃去乙醚液，药渣挥去乙醚，加甲醇40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次20ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，10g，柱内径为10～20mm）上，用甲醇80ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，加乙醚20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液8μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇（7：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ L）。

【含量测定】 **黄连　黄柏** 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1mol/L磷酸二氢钾溶液-0.025mol/L十二烷基磺酸钠溶液（50：5：25）为流动相；检测波长为265nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加盐酸-甲醇（1：100）混合溶液制成每1ml含60μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入盐酸-甲醇（1：100）的混合溶液25ml，密塞，称定重量，置50℃水浴中加热15分钟，放冷，超声处理（功率150W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用盐酸-甲醇（1：100）的混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，加盐酸-甲醇（1：100）混合溶液至刻度，摇匀，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含黄连和黄柏以盐酸小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$）计，不得少于0.65mg。

大黄　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液（85：15）为流动相；检测波长为254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取大黄素对照品、大黄酚对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含大黄素4μg、大黄酚8μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细（过三号筛），取约0.35g，精密称定，置具塞锥形烧瓶中，精密加入甲醇50ml，称定重量，置水浴上加热回流1小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液10ml，置烧瓶中，蒸干，残渣加2.5mol/L硫酸20ml、三氯甲烷20ml，置水浴中加热回流1小时，立即冷却，移至分液漏斗中，用少量三氯甲烷洗涤容器，洗液并入分液漏斗中，分取三氯甲烷液，酸液再用三氯甲烷振摇提取3次，每次15ml，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含酒大黄以大黄素（$C_{15}H_{10}O_5$）和大黄酚（$C_{15}H_{10}O_4$）的总量计，不得少于1.3mg。

黄芩　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.4%磷酸溶液（47：53）为流动相；检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.14g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率33kHz）45分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含黄芩以黄芩苷（$C_{21}H_{18}O_{11}$）计，不得少于2.8mg。

【功能与主治】 散风清热，泻火止痛。用于风热上攻、肺胃热盛所致的头晕目眩、暴发火眼、牙齿疼痛、口舌生疮、咽喉肿痛、耳痛耳鸣、大便秘结、小便短赤。

【用法与用量】 口服。一次2粒，一日2次。

【注意】 忌食辛辣食物；孕妇慎用；脾胃虚寒者禁用。

【规格】 每粒装0.4g

【贮藏】 密封。

黄连上清颗粒

Huanglian Shangqing Keli

【处方】 黄连 24g　栀子(姜制)192g
连翘 192g　炒蔓荆子 192g
防风 96g　荆芥穗 192g
白芷 192g　黄芩 192g
菊花 384g　薄荷 96g
酒大黄 768g　黄柏(酒炙)96g
桔梗 192g　川芎 96g
石膏 96g　旋覆花 48g
甘草 96g

【制法】 以上十七味，酒大黄 576g 与黄连、黄柏、白芷粉碎，过筛，混匀，取细粉 600g，备用；剩余粗粒与防风、桔梗、剩余的酒大黄用 70％乙醇做溶剂，浸渍 24 小时后进行渗漉，收集渗漉液，回收乙醇后浓缩至适量；荆芥穗、薄荷、川芎蒸馏提取挥发油，收集挥发油；蒸馏后的水溶液另器收集；药渣与其余旋覆花等八味加水煎煮二次，第一次 2 小时，第二次 1.5 小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至适量，与渗漉浓缩液和荆芥穗等三味的水溶液合并，浓缩，加入上述细粉，混匀，制成颗粒，干燥，喷入上述挥发油，混匀，密闭 8 小时，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为棕褐色的颗粒；味微苦。

【鉴别】 (1)取本品 2g，研细，加甲醇 20ml，加热回流 20 分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水(4：2：1：1：0.2)为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品 0.5g，研细，加乙酸乙酯 25ml，加热回流 1 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(12：8：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10％硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品 8g，研细，加乙醚 40ml，超声处理 30 分钟，滤过，弃去乙醚液，药渣挥去乙醚，加甲醇 40ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙醚振摇提取 3 次，每次 20ml，弃去乙醚液，水溶液再用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 20ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加甲醇 5ml 使溶解，加于 D101 型大孔吸附树脂柱(柱内径为 10～20mm，柱高为 10cm)上，用 40％甲醇 50ml 洗脱，弃去洗脱液，再用 70％甲醇 80ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取连翘对照药材 1g，加乙醚 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，弃去乙醚液，药渣挥去乙醚，加甲醇 20ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。另取连翘苷对照品适量，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 10μl、对照药材溶液 6～10μl、对照品溶液 4μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(8：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10％硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品 2g，研细，加甲醇 10ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml，加热使溶解，加盐酸调节 pH 值至 2～3，加乙酸乙酯振摇提取 3 次，每次 10ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 10μl、对照品溶液 5μl，分别点于同一以含 4％醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5：3：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 1％三氯化铁乙醇溶液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品 2g，研细，加甲醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液 5ml，蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，再加盐酸 1ml，加热回流 30 分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取 2 次，每次 20ml，合并乙醚提取液，蒸干，残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 10μl、对照药材溶液 5μl，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。置氨蒸气中熏后，在日光下检视，斑点显红色。

(6)取本品 10g，研细，加石油醚(60～90℃)50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至 5ml，加在中性氧化铝柱(100～200 目，10g，柱内径为 10～20mm)上，用三氯甲烷 80ml 洗脱，收集洗脱液，挥干，残渣加石油醚(60～90℃)2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取川芎对照药材 1g，加石油醚(60～90℃)20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加石油醚(60～90℃)2ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 8μl、对照药材溶液 5μl，分

别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（7）取本品8g，研细，加乙醚50ml，超声处理30分钟，滤过，弃去乙醚液，药渣挥去乙醚，加甲醇40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次20ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，加在中性氧化铝柱（100～200目，10g，柱内径为10～20mm）上，用甲醇80ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，加乙醚20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液8μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇（7：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **重金属**　取本品1.0g，称定重量，照炽灼残渣检查法（附录Ⅸ J）炽灼至完全灰化。取遗留的残渣，依法（附录Ⅸ E第二法）检查。重金属含量不得过百万分之二十五。

砷盐　取本品1.0g，称定重量，加无砷氢氧化钙1g，加少量水，搅匀，烘干，用小火缓缓炽灼至炭化，再在500～600℃炽灼至完全灰化（同时做空白，留做标准砷斑用），放冷，残渣加盐酸7ml使溶解，再加水21ml，依法（附录Ⅸ F第一法）检查。砷含量不得过百万分之二。

其他　应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 **黄连　黄柏**　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液（50：50）为流动相；检测波长为345nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸（100：1）的混合溶液25ml，称定重量，置50℃水浴中温浸15分钟，再超声处理（功率80W，频率50kHz）40分钟，放冷，再称定重量，用甲醇-盐酸（100：1）的混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含黄连和黄柏以盐酸小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$）计，不得少于3.0mg。

黄芩　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；甲醇-0.4%磷酸溶液（47：53）为流动相；检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率33kHz）45分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含黄芩以黄芩苷（$C_{21}H_{18}O_{11}$）计，不得少于5.2mg。

【功能与主治】　散风清热，泻火止痛。用于风热上攻、肺胃热盛所致的头晕目眩、暴发火眼、牙齿疼痛、口舌生疮、咽喉肿痛、耳痛耳鸣、大便秘结、小便短赤。

【用法与用量】　口服。一次2g，一日2次。

【注意】　忌食辛辣食物；孕妇慎用；脾胃虚寒者禁用。

【规格】　每袋装2g

【贮藏】　密封。

银　黄　片

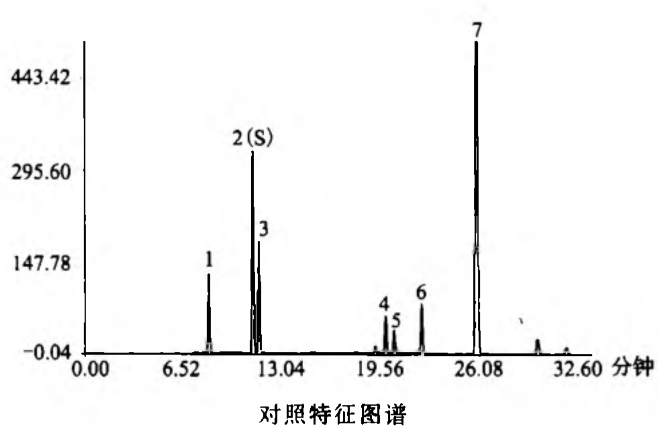
Yinhuang Pian

【处方】　金银花提取物100g　　黄芩提取物40g

【制法】　以上二味，加淀粉适量，混匀，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】　本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显黄色至棕黄色；味微苦。

【鉴别】　取金银花提取物含量测定项下的供试品溶液和对照品溶液分别作为供试品溶液和参照物溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）试验，色谱条件同金银花提取物含量测定项下的色谱条件，吸取供试品溶液与参照物溶液各10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，计算各特征峰与参照物峰的相对保留时间，即得。



对照特征图谱

峰1：新绿原酸　峰2：绿原酸　峰3：隐绿原酸

峰4：异绿原酸A　峰5：异绿原酸B

峰6：异绿原酸C　峰7：黄芩苷

供试品色谱中应呈现七个与对照特征图谱相对应的特征峰，其中与参照物峰保留时间相对应的峰为S峰；各特征峰的相对保留时间规定值分别为：0.76（峰1），1.00（峰2），1.05（峰3），1.80（峰4），1.87（峰5），2.01（峰6），2.33（峰7）。供试品色谱中，各特征峰的相对保留时间应在其规定值的±5%之内。

【检查】 **山银花** 取金银花提取物含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品，加50%甲醇制成每1ml含0.12mg的溶液，作为对照品溶液。照高效液色谱法（附录Ⅵ D）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈为流动相A，以0.4%醋酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按灰毡毛忍冬皂苷乙峰计算应不低于5000。吸取供试品溶液与对照品溶液各20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品色谱中不得呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～15	5→20	95→80
15～30	20→30	80→70
30～40	30	70

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 **金银花提取物** 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.4%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为327nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于2000。

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～15	5→20	95→80
15～30	20→30	80→70
30～40	30	70

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品10片，除去包衣，精密称定，研细，取约0.2g，精密称定，置50ml量瓶中，加50%甲醇适量，超声处理（功率500W，频率40kHz）30分钟，放冷，加50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含金银花提取物以绿原酸（$C_{16}H_{18}O_9$）计，不得少于1.3mg。

黄芩提取物 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸（50：50：0.2）为流动相；检测波长为274nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取金银花提取物含量测定项下的供试品溶液2ml，置10ml量瓶中，加50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含黄芩提取物以黄芩苷（$C_{21}H_{18}O_{11}$）计，不得少于27.0mg。

【功能与主治】 清热疏风，利咽解毒。用于外感风热、肺胃热盛所致的咽干、咽痛、喉核肿大、口渴、发热；急慢性扁桃体炎、急慢性咽炎、上呼吸道感染见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次2～4片，一日4次。

【规格】 （1）糖衣片（片心重0.25g） （2）薄膜衣片 每片重0.27g

【贮藏】 密封。

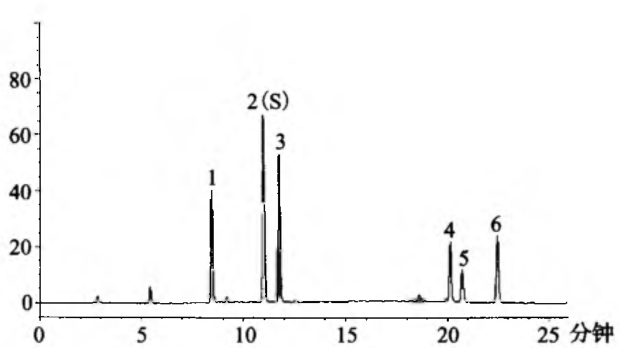
附：金银花提取物标准

金银花提取物

〔制法〕 取金银花，加水煎煮三次，第一、二次每次1小时，第三次0.5小时，煎液滤过，滤液合并，减压浓缩至相对密度为1.13～1.18（70℃），加入适量淀粉，搅拌均匀，干燥，即得。

〔性状〕 本品为淡黄色至棕黄色的粉末；气微，味微苦。

〔鉴别〕 取含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取绿原酸对照品，加50%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，作为参照物溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）试验，色谱条件同银黄片标准中金银花提取物含量测定项下的色谱条件，吸取供试品溶液与参照物溶液各10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，计算各特征峰与参照物峰的相对保留时间。



对照特征图谱

峰1：新绿原酸　峰2：绿原酸　峰3：隐绿原酸

峰4：异绿原酸A　峰5：异绿原酸B　峰6：异绿原酸C

供试品色谱中应呈现六个与对照特征图谱相对应的特征峰，其中与参照物峰保留时间相对应的峰为S峰；各特征峰的相对保留时间规定值分别为：0.76（峰1），1.00（峰2），1.05（峰3），1.80（峰4），1.87（峰5），2.01（峰6）。供试品色谱中，

各特征的相对保留时间应在其规定值的±5%之内。

〔检查〕 山银花 取〔含量测定〕项下的供试品溶液作为供试品溶液。另取灰毡毛忍冬皂苷乙对照品，加50%甲醇制成每1ml含0.12mg的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)试验，色谱条件同银黄片标准中山银花检查项的色谱条件。吸取供试品溶液与对照品溶液各20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品色谱中不得呈现与对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

水分 不得过6.0%(附录Ⅸ H第一法)。

〔含量测定〕 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 对照品溶液的制备 同银黄片标准中金银花提取物含量测定项的有关内容。

供试品溶液的制备 取本品0.1g，精密称定，置100ml量瓶中，加50%甲醇适量，超声处理(功率500W，频率40kHz)30分钟，放冷，加50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含绿原酸($C_{16}H_{18}O_9$)不得少于1.5%。

〔贮藏〕 密闭，遮光。

甜梦口服液(甜梦合剂)

Tianmeng Koufuye

Tianmeng Heji

【处方】

刺五加 53g	黄精 67g
蚕蛾 13g	桑椹 33g
党参 40g	黄芪 40g
砂仁 5g	枸杞子 40g
山楂 160g	熟地黄 27g
炙淫羊藿 27g	陈皮 27g
茯苓 27g	制马钱子 1.3g
法半夏 27g	泽泻 40g
山药 27g	

【制法】 以上十七味，加水煎煮二次，第一次1.5小时，第二次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.18～1.20(70℃)的清膏，加乙醇使含醇量达65%，静置，取上清液回收乙醇，浓缩至相对密度为1.16～1.20(65℃)的清膏，加水适量，冷藏，滤过，加山梨酸钾2g，加水至1000ml，灭菌，灌封，即得。

【性状】 本品为棕红色的液体；味酸甜、微苦。

【鉴别】 (1)取本品40ml，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取刺五加对照药材5g，加甲醇50ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水25ml使溶解，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。再取异嗪皮啶对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20：4：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品50ml，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次20ml，合并正丁醇液，用1%氢氧化钠溶液洗涤3次，每次20ml，再用正丁醇饱和的水洗涤3次，每次20ml，弃去洗涤液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。

(3)取枸杞子对照药材1g，加甲醇25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水25ml使溶解，用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(1)项下供试品溶液和上述对照药材溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(15：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品20ml，用乙醚10ml振摇提取，弃去乙醚液，再用乙酸乙酯振摇提取3次，每次20ml，合并乙酸乙酯提取液，用水洗涤2次，每次20ml，弃去洗涤液，乙酸乙酯液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水(100：15：10)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铝乙醇溶液，在105℃加热5～10分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(5)取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(4)项下供试品溶液和上述对照品溶液各5μl，分别点于同一用0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水(100：20：13)为展开剂，展开，展距约5cm，取出，晾干，再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20：10：1：1)的上层溶液为展开剂，展约12cm，取出，晾干，喷以2%三氯化铝乙醇溶液，在紫

外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **相对密度**　应不低于1.03(附录Ⅶ A)。

pH值　应为3.4～4.5(附录Ⅶ G)。

其他　应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.05%磷酸溶液(25∶75)为流动相;检测波长为270nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备　取淫羊藿苷对照品适量,精密称定,加70%甲醇制成每1ml含20μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　精密量取本品10ml,置25ml量瓶中,加甲醇至近刻度,超声处理(功率500W,频率50kHz)10分钟,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含淫羊藿以淫羊藿苷($C_{33}H_{40}O_{15}$)计,不得少于15.0μg。

【功能与主治】 益气补肾,健脾和胃,养心安神。用于头晕耳鸣,视减听衰,失眠健忘,食欲不振,腰膝酸软,心慌气短,中风后遗症;对脑功能减退,冠状血管疾患,脑血管栓塞及脱发也有一定作用。

【用法与用量】 口服。一次10～20ml,一日2次。

【规格】 每支装(1)10ml　(2)20ml　(3)100ml

【贮藏】 密封。

甜梦胶囊

Tianmeng Jiaonang

【处方】

刺五加 178g	黄精 222g
蚕蛾 44g	桑椹 111g
党参 133g	黄芪 133g
砂仁 18g	枸杞子 133g
山楂 533g	熟地黄 89g
炙淫羊藿 89g	陈皮 89g
茯苓 89g	制马钱子 4.4g
法半夏 89g	泽泻 133g
山药 89g	

【制法】 以上十七味,加水煎煮二次,第一次1.5小时,第二次1小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩至相对密度为1.18～1.20(70℃),加乙醇使含醇量达65%,静置,取上清液,回收乙醇,浓缩至稠膏状,减压干燥,粉碎,加入淀粉、微晶纤维素、硬脂酸镁及滑石粉适量,混匀,制颗粒,装入胶囊,制成1000粒,即得。

【性状】 本品为硬胶囊,内容物为棕色至棕褐色的颗粒和粉末;味微甜、酸。

【鉴别】 (1)取本品内容物3g,加甲醇50ml,加热回流30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水25ml使溶解,用乙酸乙酯振摇提取3次,每次20ml,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取刺五加对照药材5g,同法制成对照药材溶液。再取异嗪皮啶对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(20∶4∶0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品内容物6g,加甲醇100ml,加热回流2小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水50ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次20ml,合并正丁醇液,用1%氢氧化钠溶液洗涤3次,每次20ml,再用正丁醇饱和的水洗涤3次,每次20ml,弃去洗涤液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13∶7∶2)10℃以下放置的下层液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,于105℃烘至斑点显色清晰,分别在日光及紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点或荧光斑点。

(3)取枸杞子对照药材1g,加甲醇25ml,加热回流30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水25ml使溶解,用乙酸乙酯振摇提取3次,每次20ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取〔鉴别〕(1)项下供试品溶液和上述对照药材溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(15∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品内容物3g,加甲醇50ml,加热回流30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水25ml使溶解,用乙醚10ml提取,弃去乙醚液,再用乙酸乙酯振摇提取3次,每次20ml,合并乙酸乙酯液,用水洗涤2次,每次20ml,弃去洗涤液,乙酸乙酯液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100∶15∶10)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以2%三氯化铝乙醇溶液,在105℃加热5～10分钟,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(5)取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液,作为对照品

溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取〔鉴别〕(4)项下供试品溶液和上述对照品溶液各 5μl,分别点于同一用 0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100∶20∶13)为展开剂,展开,展距约 5cm,取出,晾干,再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20∶10∶1∶1)的上层溶液为展开剂,展开约 12cm,取出,晾干,喷以三氯化铝试液,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;乙腈-0.05%磷酸溶液(25∶75)为流动相;检测波长为 270nm。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取淫羊藿苷对照品适量,精密称定,加 70%甲醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物,研细,取约 2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 70%甲醇 50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率 500W,频率 50kHz)45 分钟,放冷,再称定重量,用 70%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液 10μl 与供试品溶液 20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含淫羊藿以淫羊藿苷($C_{33}H_{40}O_{15}$)计,不得少于 65.0μg。

【功能与主治】 益气补肾,健脾和胃,养心安神。用于头晕耳鸣,视减听衰,失眠健忘,食欲不振,腰膝酸软,心慌气短,中风后遗症;对脑功能减退,冠状血管疾患,脑血管栓塞及脱发也有一定作用。

【用法与用量】 口服。一次 3 粒,一日 2 次。

【规格】 每粒装 0.4g

【贮藏】 密封。

清开灵颗粒

Qingkailing Keli

【处方】

胆酸 13g	珍珠母 200g
猪去氧胆酸 15g	栀子 100g
水牛角 100g	板蓝根 800g
黄芩苷 20g	金银花 240g

【制法】 (1)以上八味,板蓝根、栀子加水煎煮二次,第一次 1.5 小时,第二次 1 小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩至相对密度为 1.12～1.16(80℃),加乙醇使含醇量达 60%,静置 24 小时,滤过,滤液回收乙醇,浓缩,干燥;金银花加水温浸半小时后,加水煎煮二次,每次 1.5 小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩至相对密度为 1.20～1.25(80℃),加乙醇使含醇量达 60%,静置 24 小时,滤过,滤液回收乙醇,浓缩,干燥;水牛角磨粉,加入 4mol/L 氢氧化钡溶液中,煎煮 7 小时,趁热滤过;珍珠母加入到 4mol/L 硫酸溶液中,煎煮 7 小时,趁热滤过,滤液放冷后与水牛角滤液合并,滤过,滤液浓缩至相当于原料量的 2～3 倍时放冷,加乙醇使含醇量达 60%,搅匀,静置 24 小时,滤过,滤液回收乙醇,用 20%氢氧化钠溶液调节至 pH 7,冷藏,滤过,滤液浓缩至相对密度为 1.36～1.40(60℃),用倍他环糊精包合,干燥,得水牛角、珍珠母包合粉。猪去氧胆酸、胆酸用适量乙醇溶解,滤过,取滤液,或在滤液中加入橙油香精〔规格(2)〕,用倍他环糊精包合,干燥,得胆酸、猪去氧胆酸包合粉。将板蓝根和栀子浸膏粉、金银花浸膏粉、黄芩苷和上述两种包合粉与适量甘露醇、糊精和甜味剂混匀,制颗粒,干燥,制成 1500g〔规格(1)〕;或将板蓝根和栀子浸膏粉、金银花浸膏粉、黄芩苷和上述两种包合粉与适量蔗糖、糊精混匀,制颗粒,干燥,制成 3000g〔规格(2)〕,即得。

(2)以上八味,黄芩苷研成细粉;水牛角和珍珠母磨粉后制成水解液;猪去氧胆酸、胆酸溶于碱性水溶液中,加入倍他环糊精,包合;其余栀子等三味加水煎煮二次,煎液滤过,滤液合并,与上述水解液及胆酸液混匀,浓缩,与蔗糖粉、黄芩苷细粉混匀,干燥,制成颗粒 3000g〔(规格(2)〕;或混匀后制颗粒,干燥,制成 10 000g〔(规格(3)〕,即得。

【性状】 本品为浅黄色或黄棕色至棕褐色的颗粒;味甜、微苦。

【鉴别】 (1)照黄芩苷含量测定项下的方法试验,供试品色谱中应呈现与黄芩苷对照品色谱峰保留时间相对应的色谱峰。

(2)取本品 1 袋的内容物,研细,加乙醇 20ml,超声处理 5 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取胆酸、猪去氧胆酸对照品,加乙醇制成每 1ml 各含 1mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以异辛烷-乙酸乙酯-冰醋酸(15∶7∶5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 10%硫酸乙醇溶液,在 105℃加热至斑点显色清晰,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品 2 袋的内容物,研细,加甲醇 25ml,超声处理 5 分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取金银花对照药材 0.5g,加甲醇 20ml,同法制成对照药材溶液。再取绿原酸对照品,加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各 1～2μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以醋酸为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品 3 袋的内容物,研细,加热水 40ml,充分振摇使溶解,放冷,用正丁醇振摇提取 2 次,每次 40ml,合并正丁

醇提取液，蒸干，残渣加丙酮 2ml 使溶解，取上清液作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，加丙酮制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 5～10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水（10：7：2：0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 **黄芩苷** 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸（45：55：1）为流动相；检测波长为 274nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约 0.75g〔规格（1）〕、1.5g〔规格（2）〕或 5g〔规格（3）〕，精密称定，置 100ml 量瓶中，加 50%甲醇 80ml，超声处理（功率 180W，频率 40kHz）15 分钟，放冷，加 50%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含黄芩苷（$C_{21}H_{18}O_{11}$）应为 18.0～22.0mg。

胆酸 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-1%醋酸溶液（75：25）为流动相；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按胆酸峰计算应不低于 8000。

对照品溶液的制备　取胆酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.2mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约 1g〔规格（1）〕、2g〔规格（2）〕或 7g〔规格（3）〕，精密称定，置 50ml 量瓶中，精密加入水 25ml，振摇使溶解，再加甲醇 20ml，超声处理（功率 180W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液 10μl 和 20μl、供试品溶液 20μl，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每袋含胆酸（$C_{24}H_{40}O_5$）应为 10.4～15.6mg。

栀子 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（11：89）为流动相；检测波长为 238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备　取栀子苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1ml 含 30μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约 0.4g〔规格（1）〕、0.8g〔规格（2）〕或 2.5g〔规格（3）〕，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 180W，频率 40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含栀子以栀子苷（$C_{17}H_{24}O_{10}$）计，不得少于 1.0mg。

总氮量 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取 0.15g〔规格（1）〕、0.3g〔规格（2）〕或 1g〔规格（3）〕，精密称定，照氮测定法（附录Ⅸ L 第二法）测定，即得。

本品每袋含氮（N）量应为 11.0～15.0mg。

【功能与主治】 清热解毒，镇静安神。用于外感风热时毒、火毒内盛所致高热不退、烦躁不安、咽喉肿痛、舌质红绛、苔黄、脉数者；上呼吸道感染，病毒性感冒，急性化脓性扁桃体炎，急性咽炎，急性气管炎，高热等症属上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次 1～2 袋，一日 2～3 次。儿童酌减，或遵医嘱。

【注意】 久病体虚患者如出现腹泻时慎用。

【规格】 （1）每袋装 1.5g（含黄芩苷 20mg，无蔗糖）（2）每袋装 3g（含黄芩苷 20mg；含黄芩苷 20mg，橙香型）（3）每袋装 10g（含黄芩苷 20mg）

【贮藏】 密封。

颈舒颗粒

Jingshu Keli

【处方】 三七 333g　当归 333g
川芎 333g　红花 333g
天麻 333g　肉桂 222g
人工牛黄 92.5g

【制法】 以上七味，当归、川芎、肉桂加水浸泡 1 小时，蒸馏提取挥发油，挥发油用 β-环糊精包合，备用；蒸馏后的水溶液另器保存；药渣备用。三七、天麻粉碎成最粗粉，加水浸泡 1 小时，煎煮 1 小时，滤过，滤液另器保存；药渣与当归等三味提油后的药渣及红花加水煎煮二次，第一次 1 小时，第二次 0.5 小时，煎液滤过，滤液与上述蒸馏后的水溶液、三七和天麻的水溶液合并，浓缩至相对密度为 1.30（50～60℃），加入人工牛黄、挥发油包合物及适量糊精，制成颗粒，干燥，制成 1000g，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕褐色的颗粒；气微香、味苦。

【鉴别】 （1）取本品 4g，研细，加甲醇 40ml，加热回流 30 分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 30ml，弃去乙醚液，再用水饱和正丁醇振摇提取 2 次，每次 30ml，合并正丁醇提取液，用 1%氢氧化钠溶

液洗涤2次，每次50ml，再用正丁醇饱和的水50ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取三七对照药材1g，加甲醇20ml同法制成对照药材溶液。再取三七皂苷R_1对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13：7：2）的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品1g，研细，置具塞试管中，加5%醋酸甲醇溶液2ml，浸渍约5小时并时时振摇，离心，取上清液作为供试品溶液。另取人工牛黄对照药材0.1g，加甲醇2ml，自"浸渍约5小时"起，同法制成对照药材溶液。再取胆酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正已烷-乙酸乙酯-甲醇-醋酸（20：25：3：2）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，热风吹至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品1g，研细，置具塞试管中，加乙醇2ml，浸渍约5小时并时时振摇，离心，取上清液作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品，加乙醇制成每1ml含1μl的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30～60℃）-乙酸乙酯（17：3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2,4-二硝基苯肼乙醇试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品6g，研细，加甲醇50ml，加热回流40分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水30ml，微热使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次35ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加水5ml使溶解，通过D101型大孔吸附树脂柱（柱内径为1.5cm，柱高为12cm），以水50ml洗脱，弃去水洗液，再用10%乙醇50ml洗脱，洗脱液蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取天麻对照药材1g，加甲醇20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10μl，对照药材溶液5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（8：1：3：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，热风吹至斑点显色清晰，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品5g，研细，加沸水50ml，搅拌使溶解，放冷，用乙醚振摇提取2次，每次50ml，合并乙醚液，挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材、川芎对照药材各1g，分别加乙醚20ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 三七 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为203nm。理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于3000。

时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～12	20	80
12～59	20→32	80→68
60～64	85	15
65～70	20	80

对照品溶液的制备 取人参皂苷Rg_1对照品及人参皂苷Rb_1对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含0.1mg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约0.5g，精密称定，加乙醚20ml，摇匀，放置12小时，滤过，弃去滤液，滤纸及滤渣挥去乙醚，精密加入甲醇10ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含三七以人参皂苷Rg_1（$C_{42}H_{72}O_{14}$）和人参皂苷Rb_1（$C_{54}H_{92}O_{23}$）的总量计，不得少于15.0mg。

人工牛黄 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.2%磷酸溶液（35：65）为流动相；检测波长为192nm。理论板数按胆酸峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取胆酸对照品适量，精密称定，加60%乙腈制成每1ml含0.3mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇10ml，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含人工牛黄以胆酸（$C_{24}H_{40}O_5$）计，不得少于40.0mg。

【功能与主治】 活血化瘀，温经通窍止痛。用于神经根型颈椎病瘀血阻络证，症见颈肩部僵硬、疼痛、患侧上肢窜痛。

【用法与用量】 温开水冲服。一次6g，一日3次。一个月为一疗程。

【注意】 孕妇禁用。忌生冷、油腻食物。过敏体质者慎用。

【规格】 每袋装6g

【贮藏】 密封。

鼻咽清毒颗粒(鼻咽清毒剂)

Biyan Qingdu Keli

【处方】 野菊花390g 苍耳子390g
重楼390g 茅莓根390g
两面针195g 夏枯草195g
龙胆117g 党参117g

【制法】 以上八味，加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至适量，加入乙醇使含醇量为60%，放置，滤过，滤液回收乙醇，静置，滤过，滤液浓缩至稠膏状，加入蔗糖粉适量，混匀，制成颗粒，干燥，制成1000g，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至棕褐色的颗粒；味先甜后苦。

【鉴别】 (1)取本品5g，加热水10ml使溶解，放冷，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取野菊花对照药材0.5g，加水20ml，加热至沸腾15分钟，自“放冷，用水饱和的正丁醇振摇提取2次”起，同法制成对照药材溶液。再取蒙花苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以正己烷-乙酸乙酯-丁酮-甲酸(2：5：5：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铝乙醇溶液，热风吹干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品20g，加盐酸溶液(1→50)50ml，置水浴中加热使溶解，再用20%氢氧化钠溶液调pH值至11～12，置分液漏斗中，加乙酸乙酯振摇提取2次，每次30ml，合并乙酸乙酯液，置水浴上蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取两面针对照药材0.5g，加60%乙醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液浓缩至5ml，加盐酸溶液(1→50)50ml，置水浴加热20分钟，放冷，滤过，自“再用20%氢氧化钠溶液调pH值至11～12”起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液6～12μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(20：5：1：1：0.12)为展开剂，薄层板置展开缸中预饱和20分钟，展开，取出，晾干，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(30：70)为流动相；检测波长为270nm。理论板数按龙胆苦苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取龙胆苦苷对照品适量，精密称定，加30%甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约1g，精密称定，置25ml量瓶中，加30%甲醇20ml，超声处理(功率250W，频率50kHz)10分钟，放冷，加30%甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含龙胆以龙胆苦苷($C_{16}H_{20}O_9$)计，不得少于0.50mg。

【功能与主治】 清热解毒，化痰散结。用于痰热毒瘀蕴结所致的鼻咽部慢性炎症，鼻咽癌放射治疗后分泌物增多。

【用法与用量】 口服。一次20g，一日2次，30天为一疗程。

【注意】 孕妇及儿童慎用；忌食辛辣食物。

【规格】 (1)每袋装10g (2)每瓶装120g

【贮藏】 密封。

橘 红 片

Juhong Pian

【处方】 化橘红174.4g 陈皮116.3g
法半夏87.2g 茯苓116.3g
甘草58.1g 桔梗87.2g
苦杏仁116.3g 炒紫苏子87.2g
紫菀87.2g 款冬花58.1g
瓜蒌皮116.3g 浙贝母116.3g
地黄116.3g 麦冬116.3g
石膏116.3g

【制法】 以上十五味，化橘红、陈皮蒸馏提取挥发油，收集挥发油；蒸馏后的水溶液另器收集；法半夏、茯苓、浙贝母、桔梗、石膏粉碎成细粉；甘草、紫苏子、紫菀、麦冬加水煎煮二次，第一次3小时，第二次1小时，煎液滤过，滤液合并；款冬花加水热浸二次，第一次2小时，第二次1小时，浸渍液滤过，滤液合并；瓜蒌皮、地黄用48%乙醇作溶剂；苦杏仁用80%乙醇作溶剂，分别加热回流提取二次，第一次3小时，第二次2小时，提取液滤过，滤液合并，回收乙醇，与上述蒸馏后的水溶

液、滤液合并,减压浓缩至相对密度为1.35～1.40(50℃),加入法半夏等五味的细粉,混匀,干燥,粉碎成细粉,制颗粒,干燥,喷加化橘红和陈皮的挥发油,混匀,压制成1000片,即得。

【性状】 本品为浅黄棕色至黄褐色的片;气香,味微甘、苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4～6μm(茯苓)。淀粉粒卵圆形,直径35～48μm,脐点点状,人字状或马蹄状,位于较小端,层纹细密(浙贝母)。草酸钙针晶成束,长32～144μm,存在于黏液细胞中或散在(法半夏)。不规则片状结晶无色,有平直纹理(石膏)。

(2)取本品20片,研细,加二氯甲烷20ml与浓氨试液3ml,超声处理30分钟,放置过夜,滤过,滤液蒸干,残渣加二氯甲烷2ml使溶解,作为供试品溶液。另取贝母素甲对照品、贝母素乙对照品,加二氯甲烷制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液15μl、对照品溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(17:2:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品10片,研细,加甲醇30ml,超声处理15分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次15ml,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展开,取出,晾干,再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以3%三氯化铝乙醇溶液,在105℃加热3分钟,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(20:80)为流动相;检测波长为283nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取柚皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含40μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,研细,取0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率500W,频率40kHz)40分钟,放冷,再称定重量,用70%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含化橘红和陈皮以柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)计,不得少于0.9mg。

【功能与主治】 清肺,化痰,止咳。用于痰热咳嗽,痰多,色黄黏稠,胸闷口干。

【用法与用量】 口服。一次6片,一日2次。

【规格】 每片重0.6g

【贮藏】 密封。

橘红胶囊

Juhong Jiaonang

【处方】 化橘红166.7g　陈皮111g
法半夏83g　茯苓111g
甘草55.5g　桔梗83g
苦杏仁111g　炒紫苏子83g
紫菀83g　款冬花55.5g
瓜蒌皮111g　浙贝母111g
地黄111g　麦冬111g
石膏111g

【制法】 以上十五味,陈皮粉碎成细粉;其余化橘红等十四味加水煎煮二次,每次2小时,煎液滤过,滤液浓缩至相对密度为1.25～1.30(50℃),加入陈皮细粉,混匀,减压干燥,粉碎成细粉,加淀粉适量,混匀,喷雾制粒,干燥,加硬脂酸镁、微粉硅胶适量,混匀,装入胶囊,制成1000粒,即得。

【性状】 本品为硬胶囊,内容物为棕褐色的粉末和颗粒;味苦、微甜。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(陈皮)。

(2)取本品内容物1g,置坩埚内,缓缓加热至炭化,加水5ml,搅拌数分钟,滤过,取滤液1ml,加氯化钡试液1滴,产生白色沉淀。

(3)取本品内容物5g,加乙酸乙酯25ml,超声处理30分钟,滤过,滤渣备用,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯2ml使溶解,作为供试品溶液。另取陈皮对照药材0.5g,加乙酸乙酯15ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2～5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-丙酮(9:7)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的备用滤渣,挥干,加甲醇20ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取2次,每次20ml,合并正丁醇提取液,用水20ml洗涤,分取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇4ml使溶解,取上清液作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g,加水

50ml，煎煮30分钟，离心10分钟，取上清液，自"用水饱和的正丁醇振摇提取2次"起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一以含1%氢氧化钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（15：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，在紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

（5）取本品内容物5g，加浓氨试液6ml、三氯甲烷30ml，混匀并振摇10分钟，放置过夜，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取浙贝母对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取贝母素甲对照品和贝母素乙对照品，分别加三氯甲烷制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述四种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（38：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液，在日光下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ L）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-醋酸（35：61：4）为流动相；检测波长为283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取柚皮苷对照品、橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含柚皮苷50μg、橙皮苷0.2mg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5～10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含化橘红和陈皮以橙皮苷（$C_{28}H_{34}O_{15}$）计，不得少于3.4mg；含化橘红以柚皮苷（$C_{27}H_{32}O_{14}$）计，不得少于0.90mg。

【功能与主治】 清肺，化痰，止咳。用于痰热咳嗽，痰多，色黄黏稠，胸闷口干。

【用法与用量】 口服。一次5粒，一日2次。

【规格】 每粒装0.5g

【贮藏】 密封。

修订品种

干　　姜

Ganjiang

ZINGIBERIS RHIZOMA

本品为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rosc. 的干燥根茎。冬季采挖，除去须根和泥沙，晒干或低温干燥。趁鲜切片晒干或低温干燥者称为“干姜片”。

【性状】 **干姜**　呈扁平块状，具指状分枝，长 3～7cm，厚 1～2cm。表面灰黄色或浅灰棕色，粗糙，具纵皱纹和明显的环节。分枝处常有鳞叶残存，分枝顶端有茎痕或芽。质坚实，断面黄白色或灰白色，粉性或颗粒性，内皮层环纹明显，维管束及黄色油点散在。气香、特异，味辛辣。

干姜片　本品呈不规则纵切片或斜切片，具指状分枝，长 1～6cm，宽 1～2cm，厚 0.2～0.4cm。外皮灰黄色或浅黄棕色，粗糙，具纵皱纹及明显的环节。切面灰黄色或灰白色，略显粉性，可见较多的纵向纤维，有的呈毛状。质坚实，断面纤维性。气香、特异，味辛辣。

【鉴别】（1）本品粉末淡黄棕色。淀粉粒众多，长卵圆形、三角状卵形、椭圆形、类圆形或不规则形，直径 5～40μm，脐点点状，位于较小端，也有呈裂缝状者，层纹有的明显。油细胞及树脂细胞散于薄壁组织中，内含淡黄色油滴或暗红棕色物质。纤维成束或散离，先端钝尖，少数分叉，有的一边呈波状或锯齿状，直径 15～40μm，壁稍厚，非木化，具斜细纹孔，常可见菲薄的横隔。梯纹导管、螺纹导管及网纹导管多见，少数为环纹导管，直径 15～70μm。导管或纤维旁有时可见内含暗红棕色物的管状细胞，直径12～20μm。

（2）取本品粉末 1g，加乙酸乙酯 20ml，超声处理 10 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取干姜对照药材 1g，同法制成对照药材溶液。再取 6-姜辣素对照品，加乙酸乙酯制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各 6μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60～90℃）-三氯甲烷-乙酸乙酯（2：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以香草醛硫酸试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分**　不得过 19.0%（附录Ⅸ H 第二法）。

总灰分　不得过 6.0%（附录Ⅸ K）。

【浸出物】 照水溶性浸出物测定（附录Ⅹ A）项下的热浸法测定，不得少于 22.0%。

【含量测定】 **挥发油**　取本品最粗粉适量，加水 700ml，照挥发油测定法（附录Ⅹ D）测定。

本品含挥发油不得少于 0.8%（ml/g）。

6-姜辣素　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-甲醇-水（40：5：55）为流动相；检测波长为 280nm。理论板数按 6-姜辣素峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备　取 6-姜辣素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品粉末（过三号筛）约 0.25g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 75%甲醇 20ml，称定重量，超声处理（功率 100W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，再称定重量，用 75%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含 6-姜辣素（$C_{17}H_{26}O_4$）不得少于 0.60%。

饮片

【炮制】 **干姜**　除去杂质，略泡，洗净，润透，切厚片或块，干燥。

本品呈不规则片块状，厚 0.2～0.4cm。

【鉴别】【检查】【浸出物】【含量测定】 同药材。

姜炭　取干姜块，照炒炭法（附录Ⅱ D）炒至表面黑色、内部棕褐色。

本品形如干姜片块，表面焦黑色，内部棕褐色，体轻，质松脆。味微苦，微辣。

【鉴别】 取本品粉末 2g，加 75%甲醇 40ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取 6-姜辣素对照品、姜酮对照品，加乙酸乙酯分别制成每 1ml 各含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液和 6-姜辣素对照品溶液各 6μl、姜酮对照品溶液 4μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚（60～90℃）-三氯甲烷-乙酸乙酯（2：1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以香草醛硫酸试液，在 105℃ 加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【浸出物】 同药材，不得少于[订正]26.0%。

【含量测定】 同药材，含 6-姜辣素（$C_{17}H_{26}O_4$）不得少于 0.050%。

【性味与归经】 辛，热。归脾、胃、肾、心、肺经。

【功能与主治】 温中散寒，回阳通脉，温肺化饮。用于脘腹冷痛，呕吐泄泻，肢冷脉微，寒饮喘咳。

【用法与用量】 3～10g。

【贮藏】 置阴凉干燥处，防蛀。

【制剂】 姜流浸膏

山　药
Shanyao
DIOSCOREAE RHIZOMA

本品为薯蓣科植物薯蓣 *Dioscorea opposita* Thunb. 的干燥根茎。冬季茎叶枯萎后采挖，切去根头，洗净，除去外皮和须根，干燥，或趁鲜切厚片，干燥；也有选择肥大顺直的干燥山药，置清水中，浸至无干心，闷透，切齐两端，用木板搓成圆柱状，晒干，打光，习称"光山药"。

【性状】 本品略呈圆柱形，弯曲而稍扁，长 15～30cm，直径 1.5～6cm。表面黄白色或淡黄色，有纵沟、纵皱纹及须根痕，偶有浅棕色外皮残留。体重，质坚实，不易折断，断面白色，粉性。气微，味淡、微酸，嚼之发黏。光山药呈圆柱形，两端平齐，长 9～18cm，直径 1.5～3cm。表面光滑，白色或黄白色。

【鉴别】 (1)本品粉末类白色。淀粉粒单粒扁卵形、三角状卵形、类圆形或矩圆形，直径 8～35μm，脐点点状、人字状、十字状或短缝状，可见层纹；复粒稀少，由 2～3 分粒组成。草酸钙针晶束存在于黏液细胞中，长约至 240μm，针晶粗 2～5μm。具缘纹孔导管、网纹导管、螺纹导管及环纹导管直径 12～48μm。

(2)取本品粉末 5g，加二氯甲烷 30ml，加热回流 2 小时，滤过，滤液蒸干，残渣加二氯甲烷 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取山药对照药材 5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 4μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(9：1：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%磷钼酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分**　不得过 16.0%(附录Ⅸ H 第一法)。

总灰分　不得过 4.0%(附录Ⅸ K)。

■**二氧化硫残留量**　照二氧化硫残留量测定法(附录Ⅸ U)测定，不得过 400mg/kg。■[增订]

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的冷浸法测定，不得少于 7.0%。

饮片

【炮制】 **山药**　除去杂质，分开大小个，泡润至透，切厚片，干燥。切片者呈类圆形的厚片。表面类白色或淡黄白色，质脆，易折断，断面类白色，富粉性。

【检查】 **总灰分**　同药材，不得过 2.0%。

【浸出物】 同药材，不得少于 4.0%。

【鉴别】【检查】(水分■、二氧化硫残留量■[增订])　同药材。

麸炒山药　取净山药片，照麸炒法(附录Ⅱ D)炒至黄色。

本品形如山药片，表面黄白色或微黄色，偶见焦斑，略有焦香气。

【检查】 **水分**　同药材，不得过 12.0%。

【浸出物】 同药材，不得少于 4.0%。

【鉴别】【检查】(总灰分■、二氧化硫残留量■[增订])　同药材。

【性味与归经】 甘，平。归脾、肺、肾经。

【功能与主治】 补脾养胃，生津益肺，补肾涩精。用于脾虚食少，久泻不止，肺虚喘咳，肾虚遗精，带下，尿频，虚热消渴。麸炒山药补脾健胃。用于脾虚食少，泄泻便溏，白带过多。

【用法与用量】 15～30g。

【贮藏】 置通风干燥处，防蛀。

天　冬
Tiandong
ASPARAGI RADIX

本品为百合科植物天冬 *Asparagus cochinchinensis* (Lour.) Merr. 的干燥块根。秋、冬二季采挖，洗净，除去茎基和须根，置沸水中煮或蒸至透心，趁热除去外皮，洗净，干燥。

【性状】 本品呈长纺锤形，略弯曲，长 5～18cm，直径 0.5～2cm。表面黄白色至淡黄棕色，半透明，光滑或具深浅不等的纵皱纹，偶有残存的灰棕色外皮。质硬或柔润，有黏性，断面角质样，中柱黄白色。气微，味甜、微苦。

【鉴别】 本品横切面：根被有时残存。皮层宽广，外侧有石细胞散在或断续排列成环，石细胞浅黄棕色，长条形、长椭圆形或类圆形，直径 32～110μm，壁厚，纹孔和孔沟极细密；黏液细胞散在，草酸钙针晶束存在于椭圆形黏液细胞中，针晶长 40～99μm。内皮层明显。中柱韧皮部束和木质部束各 31～135 个，相互间隔排列，少数导管深入至髓部，髓细胞亦含草酸钙针晶束。

【检查】 **水分**　不得过 16.0%(附录Ⅸ H 第一法)。

总灰分　不得过 5.0%(附录Ⅸ K)。

■**二氧化硫残留量**　照二氧化硫残留量测定法(附录Ⅸ U)测定，不得过 400mg/kg。■[增订]

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于 80.0%。

饮片

【炮制】 除去杂质，迅速洗净，切薄片，干燥。

【检查】 ■二氧化硫残留量　同药材。■[增订]

【性味与归经】 甘、苦，寒。归肺、肾经。

【功能与主治】 养阴润燥，清肺生津。用于肺燥干咳，顿咳痰黏，腰膝酸痛，骨蒸潮热，内热消渴，热病津伤，咽干口渴，肠燥便秘。

【用法与用量】 6～12g。

【贮藏】 置通风干燥处，防霉，防蛀。

天 花 粉

Tianhuafen

TRICHOSANTHIS RADIX

本品为葫芦科植物栝楼 *Trichosanthes kirilowii* Maxim. 或双边栝楼 *Trichosanthes rosthornii* Harms 的干燥根。秋、冬二季采挖，洗净，除去外皮，切段或纵剖成瓣，干燥。

【性状】 本品呈不规则圆柱形、纺锤形或瓣块状，长 8～16cm，直径 1.5～5.5cm。表面黄白色或淡棕黄色，有纵皱纹、细根痕及略凹陷的横长皮孔，有的有黄棕色外皮残留。质坚实，断面白色或淡黄色，富粉性，横切面可见黄色木质部，略呈放射状排列，纵切面可见黄色条纹状木质部。气微，味微苦。

【鉴别】 (1)本品粉末类白色。淀粉粒甚多，单粒类球形、半圆形或盔帽形，直径 6～48μm，脐点点状、短缝状或人字状，层纹隐约可见；复粒由 2～14 分粒组成，常由一个大的分粒与几个小分粒复合。具缘纹孔导管大，多破碎，有的具缘纹孔呈六角形或方形，排列紧密。石细胞黄绿色，长方形、椭圆形、类方形、多角形或纺锤形，直径 27～72μm，壁较厚，纹孔细密。

(2)取本品粉末 2g，加稀乙醇 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取天花粉对照药材 2g，同法制成对照药材溶液。再取瓜氨酸对照品，加稀乙醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各 2μl、对照品溶液 1μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正丁醇-无水乙醇-冰醋酸-水（8：2：2：3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分** 不得过 15.0%（附录Ⅸ H 第一法）。

总灰分 不得过 5.0%（附录Ⅸ K）。

■**二氧化硫残留量** 照二氧化硫残留量测定法（附录Ⅸ U）测定，不得过 400mg/kg。■[增订]

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法（附录Ⅹ A）项下的冷浸法测定，不得少于 15.0%。

饮片

【炮制】 略泡，润透，切厚片，干燥。

本品呈类圆形、半圆形或不规则形的厚片。外表皮黄白色或淡棕黄色。切面可见黄色木质部小孔，略呈放射状排列。气微，味微苦。

【检查】 **总灰分** 不得过 4.0%（附录Ⅸ K）。

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法（附录Ⅹ A）项下的冷浸法测定，不得少于 12.0%。

【鉴别】 **【检查】**（水分■、二氧化硫残留量■[增订]） 同药材。

【性味与归经】 甘、微苦，微寒。归肺、胃经。

【功能与主治】 清热泻火，生津止渴，消肿排脓。用于热病烦渴，肺热燥咳，内热消渴，疮疡肿毒。

【用法与用量】 10～15g。

【注意】 孕妇慎用；不宜与川乌、制川乌、草乌、制草乌、附子同用。

【贮藏】 置干燥处，防蛀。

天 麻

Tianma

GASTRODIAE RHIZOMA

本品为兰科植物天麻 *Gastrodia elata* Bl. 的干燥块茎。立冬后至次年清明前采挖，立即洗净，蒸透，敞开低温干燥。

【性状】 本品呈椭圆形或长条形，略扁，皱缩而稍弯曲，长 3～15cm，宽 1.5～6cm，厚 0.5～2cm。表面黄白色至淡黄棕色，有纵皱纹及由潜伏芽排列而成的横环纹多轮，有时可见棕褐色菌索。顶端有红棕色至深棕色鹦嘴状的芽或残留茎基；另端有圆脐形疤痕。质坚硬，不易折断，断面较平坦，黄白色至淡棕色，角质样。气微，味甘。

【鉴别】 (1)本品横切面：表皮有残留，下皮由 2～3 列切向延长的栓化细胞组成。皮层为 10 数列多角形细胞，有的含草酸钙针晶束。较老块茎皮层与下皮相接处有 2～3 列椭圆形厚壁细胞，木化，纹孔明显。中柱占绝大部分，有小型周韧维管束散在；薄壁细胞亦含草酸钙针晶束。

粉末黄白色至黄棕色。厚壁细胞椭圆形或类多角形，直径 70～180μm，壁厚 3～8μm，木化，纹孔明显。草酸钙针晶成束或散在，长 25～75(93)μm。用醋酸甘油水装片观察含糊化多糖类物的薄壁细胞无色，有的细胞可见长卵形、长椭圆形或类圆形颗粒，遇碘液显棕色或淡棕紫色。螺纹导管、网纹导管及环纹导管直径 8～30μm。

(2)取本品粉末 0.5g，加 70%甲醇 5ml，超声处理 30 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取天麻对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取天麻素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 10μl、对照药材溶液及对照品溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水（9：1：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%磷钼酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **水分** 不得过 15.0%（附录Ⅸ H 第一法）。

总灰分 不得过 4.5%（附录Ⅸ K）。

■**二氧化硫残留量** 照二氧化硫残留量测定法（附录Ⅸ U）测定，不得过 400mg/kg。■[增订]

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于10.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.05%磷酸溶液(3∶97)为流动相;检测波长为220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取天麻素对照品适量,精密称定,加流动相制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇50ml,称定重量,加热回流3小时,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,浓缩至近干,残渣加乙腈-水(3∶97)混合溶液溶解,转移至25ml量瓶中,用乙腈-水(3∶97)混合溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液5～10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含天麻素($C_{13}H_{18}O_7$)不得少于0.20%。

饮片

【炮制】 洗净,润透或蒸软,切薄片,干燥。

本品呈不规则的薄片。外表皮淡黄色至淡黄棕色,有时可见点状排成的横环纹。切面黄白色至淡棕色。角质样,半透明。气微,味甘。

【检查】 水分 同药材,不得过12.0%。

【鉴别】(除横切面外) **【检查】**(总灰分■、二氧化硫残留量■[增订]) **【浸出物】** **【含量测定】** 同药材。

【性味与归经】 甘,平。归肝经。

【功能与主治】 息风止痉,平抑肝阳,祛风通络。用于小儿惊风,癫痫抽搐,破伤风,头痛眩晕,手足不遂,肢体麻木,风湿痹痛。

【用法与用量】 3～10g。

【贮藏】 置通风干燥处,防蛀。

牛　膝

Niuxi

ACHYRANTHIS BIDENTATAE RADIX

本品为苋科植物牛膝 *Achyranthes bidentata* Bl. 的干燥根。冬季茎叶枯萎时采挖,除去须根和泥沙,捆成小把,晒至干皱后,将顶端切齐,晒干。

【性状】 本品呈细长圆柱形,挺直或稍弯曲,长15～70cm,直径0.4～1cm。表面灰黄色或淡棕色,有微扭曲的细纵皱纹、排列稀疏的侧根痕和横长皮孔样的突起。质硬脆,易折断,受潮后变软,断面平坦,淡棕色,略呈角质样而油润,中心维管束木质部较大,黄白色,其外周散有多数黄白色点状维管束,断续排列成2～4轮。气微,味微甜而稍苦涩。

【鉴别】 (1)本品横切面:木栓层为数列扁平细胞,切向延伸。栓内层较窄。异型维管束外韧型,断续排列成2～4轮,最外轮的维管束较小,有的仅1至数个导管,束间形成层几连接成环,向内维管束较大;木质部主要由导管及小的木纤维组成,根中心木质部集成2～3群。薄壁细胞含有草酸钙砂晶。

(2)取本品粉末4g,加80%甲醇50ml,加热回流3小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水15ml,微热使溶解,加在D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.5cm,柱高为15cm)上,用水100ml洗脱,弃去水液,再用20%乙醇100ml洗脱,弃去洗脱液,继用80%乙醇100ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加80%甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取牛膝对照药材4g,同法制成对照药材溶液。再取β-蜕皮甾酮对照品、人参皂苷Ro对照品,加甲醇分别制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液4～8μl、对照药材溶液和对照品溶液各4μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水-甲酸(7∶3∶0.5∶0.05)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 水分 不得过15.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分 不得过9.0%(附录Ⅸ K)。

■**二氧化硫残留量** 照二氧化硫残留量测定法(附录Ⅸ U)测定,不得过400mg/kg。■[增订]

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定,用水饱和正丁醇作溶剂,不得少于6.5%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-甲酸(16∶84∶0.1)为流动相;检测波长为250nm。理论板数按β-蜕皮甾酮峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取β-蜕皮甾酮对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加水饱和正丁醇30ml,密塞,浸泡过夜,超声处理(功率300W,频率40kHz)30分钟,滤过,用甲醇10ml分数次洗涤容器及残渣,合并滤液和洗液,蒸干,残渣加甲醇使溶解,转移至5ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含β-蜕皮甾酮($C_{27}H_{44}O_7$)不得少于0.030%。

饮片

【炮制】 牛膝 除去杂质,洗净,润透,除去残留芦头,切段,干燥。

本品呈圆柱形的段。外表皮灰黄色或淡棕色,有微细的

纵皱纹及横长皮孔。质硬脆，易折断，受潮变软。切面平坦，淡棕色或棕色，略呈角质样而油润，中心维管束木部较大，黄白色，其外围散有多数黄白色点状维管束，断续排列成2～4轮。气微，味微甜而稍苦涩。

【浸出物】 同药材，不得少于5.0%。

【鉴别】【检查】【含量测定】 同药材。

酒牛膝 取净牛膝段，照酒炙法（附录Ⅱ D）炒干。

本品形如牛膝段，表面色略深，偶见焦斑。微有酒香气。

【浸出物】 同药材，不得少于4.0%。

【鉴别】【检查】【含量测定】 同药材。

【性味与归经】 苦、甘、酸，平。归肝、肾经。

【功能与主治】 逐瘀通经，补肝肾，强筋骨，利尿通淋，引血下行。用于经闭，痛经，腰膝酸痛，筋骨无力，淋证，水肿，头痛，眩晕，牙痛，口疮，吐血，衄血。

【用法与用量】 5～12g。

【注意】 孕妇慎用。

【贮藏】 置阴凉干燥处，防潮。

丹　参

Danshen

SALVIAE MILTIORRHIZAE RADIX ET RHIZOMA

本品为唇形科植物丹参 *Salvia miltiorrhiza* Bge. 的干燥根和根茎。春、秋二季采挖，除去泥沙，干燥。

【性状】 本品根茎短粗，顶端有时残留茎基。根数条，长圆柱形，略弯曲，有的分枝并具须状细根，长10～20cm，直径0.3～1cm。表面棕红色或暗棕红色，粗糙，具纵皱纹。老根外皮疏松，多显紫棕色，常呈鳞片状剥落。质硬而脆，断面疏松，有裂隙或略平整而致密，皮部棕红色，木部灰黄色或紫褐色，导管束黄白色，呈放射状排列。气微，味微苦涩。

栽培品较粗壮，直径0.5～1.5cm。表面红棕色，具纵皱纹，外皮紧贴不易剥落。质坚实，断面较平整，略呈角质样。

【鉴别】 （1）本品粉末红棕色。石细胞类圆形、类三角形、类长方形或不规则形，也有延长呈纤维状，边缘不平整，直径14～70μm，长可达257μm，孔沟明显，有的胞腔内含黄棕色物。木纤维多为纤维管胞，长梭形，末端斜尖或钝圆，直径12～27μm，具缘纹孔点状，纹孔斜裂缝状或十字形，孔沟稀疏。网纹导管和具缘纹孔导管直径11～60μm。

■（2）取本品粉末1g，加乙醇5ml，超声处理15分钟，离心，取上清液作为供试品溶液。另取丹参对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取丹参酮Ⅱ$_A$对照品、丹酚酸B对照品，加乙醇制成每1ml分别含0.5mg和1.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，使成条状，以三氯甲烷-甲苯-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（6：4：8：1：4）为展开剂，展开，展至约4cm，取出，晾干，再以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，展至约8cm，取出，晾干，分别在日光及紫外光（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点或荧光斑点。■[修订]

【检查】 水分 不得过13.0%（附录Ⅸ H第一法）。

总灰分 不得过10.0%（附录Ⅸ K）。

酸不溶性灰分 不得过3.0%（附录Ⅸ K）。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（附录Ⅸ B原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过百万分之五；镉不得过千万分之三；砷不得过百万分之二；汞不得过千万分之二；铜不得过百万分之二十。

【浸出物】 水溶性浸出物 照水溶性浸出物测定法（附录Ⅹ A）项下的冷浸法测定，不得少于35.0%。

醇溶性浸出物 照醇溶性浸出物测定法（附录Ⅹ A）项下的热浸法测定，用乙醇作溶剂，不得少于15.0%。

【含量测定】 ■**丹参酮类** 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以0.02%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为20℃；检测波长为270nm。理论板数按丹参酮Ⅱ$_A$峰计算应不低于60 000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0～6	61	39
6～20	61→90	39→10
20～20.5	90→61	10→39
20.5～20	61	39

对照品溶液的制备　取丹参酮Ⅱ$_A$对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品粉末（过三号筛）约0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率140W，频率42kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定。以丹参酮Ⅱ$_A$对照品为参照，以其相应的峰为S峰，计算隐丹参酮、丹参酮Ⅰ的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±5%范围之内。相对保留时间及校正因子见下表：

待测成分（峰）	相对保留时间	校正因子
隐丹参酮	0.75	1.18
丹参酮Ⅰ	0.79	1.31
丹参酮Ⅱ$_A$	1.00	1.00

以丹参酮$Ⅱ_A$的峰面积为对照，分别乘以校正因子，计算隐丹参酮、丹参酮Ⅰ、丹参酮$Ⅱ_A$的含量。

本品按干燥品计算，含丹参酮$Ⅱ_A$（$C_{19}H_{18}O_3$）、隐丹参酮（$C_{19}H_{20}O_3$）和丹参酮Ⅰ（$C_{18}H_{12}O_3$）的总量不得少于0.25%。

丹酚酸B 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液（22：78）为流动相；柱温为20℃；流速为每分钟1.2ml，检测波长为286nm。理论板数按丹酚酸B峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取丹酚酸B对照品适量，精密称定，加甲醇-水（8：2）混合溶液制成每1ml含0.10mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末（过三号筛）约0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-水（8：2）混合溶液50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率140W，频率42kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇-水（8：2）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，移至10ml量瓶中，加甲醇-水（8：2）混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含丹酚酸B（$C_{36}H_{30}O_{16}$）不得少于3.0%。■[修订]

饮片

【炮制】 **丹参** 除去杂质和残茎，洗净，润透，切厚片，干燥。

本品呈类圆形或椭圆形的厚片。外表皮棕红色或暗棕红色，粗糙，具纵皱纹。切面有裂隙或略平整而致密，有的呈角质样，皮部棕红色，木部灰黄色或紫褐色，有黄白色放射状纹理。气微，味微苦涩。

【检查】 **酸不溶性灰分** 同药材，不得过2.0%（附录Ⅸ K）。

【浸出物】 **醇溶性浸出物** 同药材，不得少于11.0%。

【鉴别】【检查】（水分 总灰分） **【浸出物】**（水溶性浸出物） 同药材。

酒丹参 取丹参片，照酒炙法（附录Ⅱ D）炒干。

本品形如丹参片，表面红褐色，略具酒香气。

【检查】 **水分** 同药材，不得过10.0%（附录Ⅸ H第一法）。

【浸出物】 **醇溶性浸出物** 同药材，不得少于11.0%。

【鉴别】【检查】（总灰分） **【浸出物】**（水溶性浸出物） 同药材。

【性味与归经】 苦，微寒。归心、肝经。

【功能与主治】 活血祛瘀，通经止痛，清心除烦，凉血消痈。用于胸痹心痛，脘腹胁痛，癥瘕积聚，热痹疼痛，心烦不眠，月经不调，痛经经闭，疮疡肿痛。

【用法与用量】 10～15g。

【注意】 不宜与藜芦同用。

【贮藏】 置干燥处。

白　及

Baiji

BLETILLAE RHIZOMA

本品为兰科植物白及 *Bletilla striata*（Thunb.）Reichb. f. 的干燥块茎。夏、秋二季采挖，除去须根，洗净，置沸水中煮或蒸至无白心，晒至半干，除去外皮，晒干。

【性状】 本品呈不规则扁圆形，多有2～3个爪状分枝，长1.5～5cm，厚0.5～1.5cm。表面灰白色或黄白色，有数圈同心环节和棕色点状须根痕，上面有突起的茎痕，下面有连接另一块茎的痕迹。质坚硬，不易折断，断面类白色，角质样。气微，味苦，嚼之有黏性。

【鉴别】（1）本品粉末淡黄白色。表皮细胞表面观垂周壁波状弯曲，略增厚，木化，孔沟明显。草酸钙针晶束存在于大的类圆形黏液细胞中，或随处散在，针晶长18～88μm。纤维成束，直径11～30μm，壁木化，具人字形或椭圆形纹孔；含硅质块细胞小，位于纤维周围，排列纵行。梯纹导管、具缘纹孔导管及螺纹导管直径10～32μm。糊化淀粉粒团块无色。

（2）取本品粉末2g，加70%甲醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，用乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，挥至1ml，作为供试品溶液。另取白及对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲醇（6：2.5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热数分钟，放置30～60分钟。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；置紫外光灯（365nm）下检视，显相同的棕红色荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过15.0%（附录Ⅸ H第一法）。

总灰分 不得过5.0%（附录Ⅸ K）。

■**二氧化硫残留量** 照二氧化硫残留量测定法（附录Ⅸ U）测定，不得过400mg/kg。■[增订]

饮片

【炮制】 洗净，润透，切薄片，晒干。

本品呈不规则的薄片。外表皮灰白色或黄白色。切面类白色，角质样，半透明，维管束小点状，散生。质脆。气微，味苦，嚼之有黏性。

【鉴别】【检查】 同药材。

【性味与归经】 苦、甘、涩，微寒。归肺、肝、胃经。

【功能与主治】 收敛止血，消肿生肌。用于咯血，吐血，外伤出血，疮疡肿毒，皮肤皲裂。

【用法与用量】 6～15g；研末吞服3～6g。外用适量。

【注意】 不宜与川乌、制川乌、草乌、制草乌、附子同用。

【贮藏】 置通风干燥处。

白 术

Baizhu

ATRACTYLODIS MACROCEPHALAE RHIZOMA

本品为菊科植物白术 *Atractylodes macrocephala* Koidz. 的干燥根茎。冬季下部叶枯黄、上部叶变脆时采挖，除去泥沙，烘干或晒干，再除去须根。

【性状】 本品为不规则的肥厚团块，长 3～13cm，直径 1.5～7cm。表面灰黄色或灰棕色，有瘤状突起及断续的纵皱和沟纹，并有须根痕，顶端有残留茎基和芽痕。质坚硬不易折断，断面不平坦，黄白色至淡棕色，有棕黄色的点状油室散在；烘干者断面角质样，色较深或有裂隙。气清香，味甘、微辛，嚼之略带黏性。

【鉴别】 (1)本品粉末淡黄棕色。草酸钙针晶细小，长 10～32μm，存在于薄壁细胞中，少数针晶直径至 4μm。纤维黄色，大多成束，长梭形，直径约至 40μm，壁甚厚，木化，孔沟明显。石细胞淡黄色，类圆形、多角形、长方形或少数纺锤形，直径 37～64μm。薄壁细胞含菊糖，表面显放射状纹理。导管分子短小，为网纹导管及具缘纹孔导管，直径至 48μm。

(2)取本品粉末 0.5g，加正己烷 2ml，超声处理 15 分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取白术对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述新制备的两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(50：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点，并应显有一桃红色主斑点(苍术酮)。

【检查】 **水分** 不得过 15.0%(附录Ⅸ H 第一法)。

总灰分 不得过 5.0%(附录Ⅸ K)。

■**二氧化硫残留量** 照二氧化硫残留量测定法(附录Ⅸ U)测定，不得过 400mg/kg。■[增订]

色度 取本品最粗粉 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加 55%乙醇 200ml，用稀盐酸调节 pH 值至 2～3，连续振摇 1 小时，滤过，吸取滤液 10ml，置比色管中，照溶液颜色检查法(附录Ⅺ A 第一法)试验，与黄色 9 号标准比色液比较，不得更深。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定，用 60%乙醇作溶剂，不得少于 35.0%。

饮片

【炮制】 **白术** 除去杂质，洗净，润透，切厚片，干燥。

本品呈不规则的厚片。外表皮灰黄色或灰棕色。切面黄白色至淡棕色，散生棕黄色的点状油室，木部具放射状纹理；烘干者切面角质样，色较深或有裂隙。气清香，味甘、微辛，嚼之略带黏性。

【鉴别】(除显微粉末外) 【检查】 【浸出物】 同药材。

麸炒白术 将蜜炙麸皮撒入热锅内，待冒烟时加入白术片，炒至黄棕色、逸出焦香气，取出，筛去蜜炙麸皮。

每 100kg 白术片，用蜜炙麸皮 10kg。

本品形如白术片，表面黄棕色，偶见焦斑。略有焦香气。

【检查】 **色度** 同药材，与黄色 10 号比色液比较，不得更深。

【鉴别】(除显微粉末外) 【检查】(水分 总灰分 ■二氧化硫残留量■[增订]) 【浸出物】 同药材。

【性味与归经】 苦、甘，温。归脾、胃经。

【功能与主治】 健脾益气，燥湿利水，止汗，安胎。用于脾虚食少，腹胀泄泻，痰饮眩悸，水肿，自汗，胎动不安。

【用法与用量】 6～12g。

【贮藏】 置阴凉干燥处，防蛀。

白 芍

Baishao

PAEONIAE RADIX ALBA

本品为毛茛科植物芍药 *Paeonia lactiflora* Pall. 的干燥根。夏、秋二季采挖，洗净，除去头尾和细根，置沸水中煮后除去外皮或去皮后再煮，晒干。

【性状】 本品呈圆柱形，平直或稍弯曲，两端平截，长5～18cm，直径 1～2.5cm。表面类白色或淡棕红色，光洁或有纵皱纹及细根痕，偶有残存的棕褐色外皮。质坚实，不易折断，断面较平坦，类白色或微带棕红色，形成层环明显，射线放射状。气微，味微苦、酸。

【鉴别】 (1)本品粉末黄白色。糊化淀粉粒团块甚多。草酸钙簇晶直径 11～35μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行，或一个细胞中含数个簇晶。具缘纹孔导管和网纹导管直径 20～65μm。纤维长梭形，直径 15～40μm，壁厚，微木化，具大的圆形纹孔。

(2)取本品粉末 0.5g，加乙醇 10ml，振摇 5 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加乙醇制成每 1ml 含 1mg 溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：10：0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的蓝紫色斑点。

【检查】 **水分** 不得过 14.0%(附录Ⅸ H 第一法)。

总灰分 不得过 4.0%(附录Ⅸ K)。

重金属及有害元素 照铅、镉、砷、汞、铜测定法(附

录Ⅸ B原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过百万分之五；镉不得过千万分之三；砷不得过百万分之二；汞不得过千万分之二；铜不得过百万分之二十。

■**二氧化硫残留量**　照二氧化硫残留量测定法（附录Ⅸ U）测定，不得过400mg/kg。■[增订]

【浸出物】　照水溶性浸出物测定法（附录Ⅹ A）项下的热浸法测定，不得少于22.0%。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液（14∶86）为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取芍药苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含60μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品中粉约0.1g，精密称定，置50ml量瓶中，加稀乙醇35ml，超声处理（功率240W，频率45kHz）30分钟，放冷，加稀乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）不得少于1.6%。

饮片

【炮制】　**白芍**　洗净，润透，切薄片，干燥。

本品呈类圆形的薄片。表面淡棕红色或类白色，平滑。切面类白色或微带棕红色，形成层环明显，可见稍隆起的筋脉纹呈放射状排列。气微，味微苦、酸。

【含量测定】　同药材，含芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）不得少于1.2%。

【鉴别】　**【检查】**（水分　总灰分　■二氧化硫残留量■[增订]）**【浸出物】**　同药材。

炒白芍　取净白芍片，照清炒法（附录Ⅱ D）炒至微黄色。

本品形如白芍片，表面微黄色或淡棕黄色，有的可见焦斑。气微香。

【检查】　**水分**　同药材，不得过10.0%。

【含量测定】　同药材，含芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）不得少于1.2%。

【鉴别】　**【检查】**（总灰分　■二氧化硫残留量■[增订]）**【浸出物】**　同药材。

酒白芍　取净白芍片，照酒炙法（附录Ⅱ D）炒至微黄色。

本品形如白芍片，表面微黄色或淡棕黄色，有的可见焦斑。微有酒香气。

【浸出物】　同药材，不得少于20.5%。

【含量测定】　同药材，含芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）不得少于1.2%。

【鉴别】　**【检查】**（水分　总灰分　■二氧化硫残留量■[增订]）　同药材。

【性味与归经】　苦、酸，微寒。归肝、脾经。

【功能与主治】　养血调经，敛阴止汗，柔肝止痛，平抑肝阳。用于血虚萎黄，月经不调，自汗，盗汗，胁痛，腹痛，四肢挛痛，头痛眩晕。

【用法与用量】　6～15g。

【注意】　不宜与藜芦同用。

【贮藏】　置干燥处，防蛀。

灵　芝
Lingzhi
GANODERMA

本品为多孔菌科真菌赤芝 *Ganoderma lucidum*（Leyss. ex Fr.）Karst. 或紫芝 *Ganoderma sinense* Zhao, Xu et Zhang 的干燥子实体。全年采收，除去杂质，剪除附有朽木、泥沙或培养基质的下端菌柄，阴干或在40～50℃烘干。

【性状】　**赤芝**　外形呈伞状，菌盖肾形、半圆形或近圆形，直径10～18cm，厚1～2cm。皮壳坚硬，黄褐色至红褐色，有光泽，具环状棱纹和辐射状皱纹，边缘薄而平截，常稍内卷。菌肉白色至淡棕色。菌柄圆柱形，侧生，少偏生，长7～15cm，直径1～3.5cm，红褐色至紫褐色，光亮。孢子细小，黄褐色。气微香，味苦涩。

紫芝　皮壳紫黑色，有漆样光泽。菌肉锈褐色。菌柄长17～23cm。

栽培品　子实体较粗壮、肥厚，直径12～22cm，厚1.5～4cm。皮壳外常被有大量粉尘样的黄褐色孢子。

【鉴别】　（1）本品粉末浅棕色、棕褐色至紫褐色。菌丝散在或粘结成团，无色或淡棕色，细长，稍弯曲，有分枝，直径2.5～6.5μm。孢子褐色，卵形，顶端平截，外壁无色，内壁有疣状突起，长8～12μm，宽5～8μm。

（2）取本品粉末2g，加乙醇30ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取灵芝对照药材2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-甲酸乙酯-甲酸（15∶5∶1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

■（3）取本品粉末1g，加水50ml，加热回流1小时，趁热滤过，滤液置蒸发皿中，用少量水分次洗涤容器，合并洗液并入蒸发皿中，置水浴上蒸干，残渣用水5ml溶解，置50ml离心管中，缓缓加入乙醇25ml，不断搅拌，静置1小时，离心（转速为每分钟4000转），取沉淀物，用乙醇10ml洗涤，离心，取沉淀物，烘干，放冷，加4mol/L三氟乙酸溶液2ml，置10ml安瓿瓶或顶空瓶中，封口，混匀，在120℃水解3小时，放冷，水解液转移至50ml烧瓶中，用2ml水洗涤容器，洗涤液并入烧瓶中，60℃减压蒸干，用70%乙醇2ml溶解，置离心管中，离心，

取上清液作为供试品溶液。另取半乳糖对照品、葡萄糖对照品、甘露糖对照品和木糖对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml各含0.1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各3μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以正丁醇-丙酮-水(5：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以对氨基苯甲酸溶液(取4-氨基苯甲酸0.5g，溶于冰醋酸9ml中，加水10ml和85%磷酸溶液0.5ml，混匀)，在105℃加热约10分钟，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。其中最强荧光斑点为葡萄糖，甘露糖和半乳糖荧光斑点强度相近，位于葡萄糖斑点上、下两侧，木糖斑点在甘露糖上，荧光斑点强度最弱。■[修订]

【检查】 **水分** 不得过17.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分 不得过3.2%(附录Ⅸ K)。

【浸出物】 照水溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定，不得少于3.0%。

【含量测定】 ■**多糖** 对照品溶液的制备 取无水葡萄糖对照品适量，精密称定，加水制成每1ml含0.12mg的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2ml，分别置10ml具塞试管中，各加水至2.0ml，迅速精密加入硫酸蒽酮溶液(精密称取蒽酮0.1g，加硫酸100ml使溶解，摇匀)6ml，立即摇匀，放置15分钟后，立即置冰浴中冷却15分钟，取出，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅴ A)，在625nm波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 取本品粉末约2g，精密称定，置圆底烧瓶中，加水60ml，静置1小时，加热回流4小时，趁热滤过，用少量热水洗涤滤器和滤渣，将滤渣及滤纸置烧瓶中，加水60ml，加热回流3小时，趁热滤过，合并滤液，置水浴上蒸干，残渣用水5ml溶解，边搅拌边缓慢滴加乙醇75ml，摇匀，在4℃放置12小时，离心，弃去上清液，沉淀物用热水溶解并转移至50ml量瓶中，放冷，加水至刻度，摇匀，取溶液适量，离心，精密量取上清液3ml，置25ml量瓶中，加水至刻度，摇匀，即得。

测定法 精密量取供试品溶液2ml，置10ml具塞试管中，照标准曲线制备项下的方法，自"迅速精密加入硫酸蒽酮溶液6ml"起，同法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中无水葡萄糖的含量，计算，即得。

本品按干燥品计算，含灵芝多糖以无水葡萄糖($C_6H_{12}O_6$)计，不得少于0.90%。

三萜及甾醇 对照品溶液的制备 取齐墩果酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

标准曲线的制备 精密量取对照品溶液0.1、0.2、0.3、0.4、0.5ml，分别置15ml具塞试管中，挥干，放冷，精密加入新配制的香草醛冰醋酸溶液0.2ml、高氯酸0.8ml，摇匀，在70℃水浴中加热15分钟，立即置冰浴中冷却5分钟，取出，精密加入乙酸乙酯4ml，摇匀，以相应试剂为空白，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅴ A)，在546nm波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线。

供试品溶液的制备 取本品粉末约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加乙醇50ml，超声处理(功率140W，频率42kHz)45分钟，滤过，滤液置100ml量瓶中，用适量乙醇，分次洗涤滤器和滤渣，洗液并入同一量瓶中，加乙醇至刻度，摇匀，即得。

测定法 精密量取供试品溶液0.2ml，置15ml具塞试管中，照标准曲线制备项下的方法，自"挥干"起，同法操作，测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中齐墩果酸的含量，计算，即得。

本品按干燥品计算，含三萜及甾醇以齐墩果酸($C_{30}H_{48}O_3$)计，不得少于0.50%。■[修订]

【性味与归经】 甘，平。归心、肺、肝、肾经。

【功能与主治】 补气安神，止咳平喘。用于心神不宁，失眠心悸，肺虚咳喘，虚劳短气，不思饮食。

【用法与用量】 6～12g。

【贮藏】 置干燥处，防霉，防蛀。

委陵菜

Weilingcai

POTENTILLAE CHINENSIS HERBA

本品为蔷薇科植物委陵菜 *Potentilla chinensis* Ser. 的干燥全草。春季未抽茎时采挖，除去泥沙，晒干。

【性状】 本品根呈圆柱形或类圆锥形，略扭曲，有的有分枝，长5～17cm，直径0.5～1.5cm；表面暗棕色或暗紫红色，有纵纹，粗皮易成片状剥落；■根茎部稍膨大，■[修订]；质硬，易折断，断面皮部薄，暗棕色，常与木部分离，射线呈放射状排列。叶基生，单数羽状复叶，有柄■；小叶12～31对，狭长椭圆形■[修订]，边缘羽状深裂，■下表面和叶柄均灰白色，密被灰白色绒毛■[修订]。气微，味涩、微苦。

【鉴别】 (1)本品粉末灰褐色。非腺毛极多，■单细胞两种：一种薄壁，极细长，长约至4000μm，直径3～6μm，缠结成团；另一种厚壁，长短不一，长者多碎断，平直或略有弯曲，胞腔较大，短者多弯曲或扭曲，或成钩状或平直，长多在20～200μm，直径6～72μm。草酸钙簇晶存在于叶肉组织或薄壁组织中，直径6～65μm■[修订]。木纤维长梭形，直径7～14μm，壁稍厚，孔沟明显。木栓细胞类多角形或扁长方形，内含黄棕色物。

(2)取本品粉末2g，加乙醇20ml，浸润10分钟，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液浓缩至3ml，作为供试品溶液。另取委陵菜对照药材2g，同法制成对照药材溶液。再取没食子酸对照品，加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各2～4μl，分别点

于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-甲酸乙酯-甲酸(5:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,■喷以2%三氯化铁溶液与铁氰化钾试液等量的混合溶液,在日光下检视■[修订]。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝色斑点。

【检查】 **水分** 不得过13.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分 不得过14.0%(附录Ⅸ K)。

酸不溶性灰分 不得过4.0%(附录Ⅸ K)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定,用稀乙醇作溶剂,不得少于19.0%。

■**【含量测定】** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.1%磷酸溶液(6:94)为流动相;检测波长为272nm。理论板数按没食子酸峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取没食子酸对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含10μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过四号筛)约0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入4mol/L盐酸溶液50ml,称定重量,加热回流4小时,放冷,再称定重量,用4mol/L盐酸溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含没食子酸($C_7H_6O_5$)不得少于0.030%■[增订]。

饮片

【炮制】 除去杂质,洗净,润透,切段,干燥。

本品为不规则的段。根表面暗棕色或暗紫红色,栓皮易成片状剥落。切面皮部薄,暗棕色,常与木质部分离,射线呈放射状排列。叶边缘羽状深裂,下表面和叶柄均密被灰白色绒毛。气微,味涩、微苦。

【浸出物】 同药材。不得少于17.0%。

■**【含量测定】** 同药材。含没食子酸($C_7H_6O_5$)不得少于0.024%■[增订]。

【鉴别】【检查】 同药材。

【性味与归经】 苦,寒。归肝、大肠经。

【功能与主治】 清热解毒,凉血止痢。用于赤痢腹痛,久痢不止,痔疮出血,痈肿疮毒。

【用法与用量】 9~15g。外用适量。

【贮藏】 置通风干燥处。

首乌藤

Shouwuteng

POLYGONI MULTIFLORI CAULIS

本品为蓼科植物何首乌 *Polygonum multiflorum* Thunb. 的干燥藤茎。秋、冬二季采割,除去残叶,捆成把或趁鲜切段,干燥。

【性状】 本品呈长圆柱形,稍扭曲,具分枝,长短不一,直径4~7mm。表面紫红色或紫褐色,粗糙,具扭曲的纵皱纹,节部略膨大,有侧枝痕,外皮菲薄,可剥离。质脆,易折断,断面皮部紫红色,木部黄白色或淡棕色,导管孔明显,髓部疏松,类白色。切段者呈圆柱形的段。外表面紫红色或紫褐色,切面皮部紫红色,木部黄白色或淡棕色,导管孔明显,髓部疏松,类白色。气微,味微苦涩。

【鉴别】 (1)本品横切面:表皮细胞有时残存。木栓细胞3~4列,含棕色色素。皮层较窄。中柱鞘纤维束断续排列成环,纤维壁甚厚,木化;在纤维束间时有石细胞群。韧皮部较宽。形成层成环。木质部导管类圆形,直径约至204μm,单个散列或数个相聚。髓较小。薄壁细胞含草酸钙簇晶。

(2)取本品粉末0.25g,加乙醇50ml,加热回流1小时,滤过,滤液浓缩至1ml,作为供试品溶液。另取首乌藤对照药材0.25g,同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品,加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各2μl,分别点于同一硅胶H薄层板上,以石油醚(30~60℃)-甲酸乙■酯■[订正]-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点;置氨蒸气中熏后,斑点变为红色。

【检查】 **水分** 不得过12.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分 不得过10.0%(附录Ⅸ K)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定,用乙醇作溶剂,不得少于12.0%。

【含量测定】 避光操作。照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(26:74)为流动相;检测波长为320nm。理论板数按2,3,5,4′-四羟基二苯乙烯-2-*O*-β-D-葡萄糖苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取2,3,5,4′-四羟基二苯乙烯-2-*O*-β-D-葡萄糖苷对照品适量,精密称定,加稀乙醇制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过四号筛)约0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇25ml,称定重量,加热回流30分钟,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,上清液滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含2,3,5,4′-四羟基二苯乙烯-2-*O*-β-D-葡萄糖苷($C_{20}H_{22}O_9$)不得少于0.20%。

饮片

【炮制】 除去杂质,洗净,切段,干燥。

本品呈圆柱形的段。外表面紫红色或紫褐色。切面皮部紫红色,木部黄白色或淡棕色,导管孔明显,髓部疏松,类白色。气微,味微苦涩。

【鉴别】【检查】【浸出物】【含量测定】 同药材。

【性味与归经】 甘,平。归心、肝经。

【功能与主治】 养血安神,祛风通络。用于失眠多梦,血虚身痛,风湿痹痛,皮肤瘙痒。

【用法与用量】 9～15g。外用适量,煎水洗患处。

【贮藏】 置干燥处。

党 参

Dangshen

CODONOPSIS RADIX

本品为桔梗科植物党参 *Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.、素花党参 *Codonopsis pilosula* Nannf. var. *modesta* (Nannf.) L. T. Shen 或川党参 *Codonopsis tangshen* Oliv. 的干燥根。秋季采挖,洗净,晒干。

【性状】 **党参** 呈长圆柱形,稍弯曲,长10～35cm,直径0.4～2cm。表面黄棕色至灰棕色,根头部有多数疣状突起的茎痕及芽,每个茎痕的顶端呈凹下的圆点状;根头下有致密的环状横纹,向下渐稀疏,有的达全长的一半,栽培品环状横纹少或无;全体有纵皱纹和散在的横长皮孔样突起,支根断落处常有黑褐色胶状物。质稍硬或略带韧性,断面稍平坦,有裂隙或放射状纹理,皮部淡黄白色至淡棕色,木部淡黄色。有特殊香气,味微甜。

素花党参(西党参) 长10～35cm,直径0.5～2.5cm。表面黄白色至灰黄色,根头下致密的环状横纹常达全长的一半以上。断面裂隙较多,皮部灰白色至淡棕色。

川党参 长10～45cm,直径0.5～2cm。表面灰黄色至黄棕色,有明显不规则的纵沟。质较软而结实,断面裂隙较少,皮部黄白色。

【鉴别】 (1)本品横切面:木栓细胞数列至10数列,外侧有石细胞,单个或成群。栓内层窄。韧皮部宽广,外侧常现裂隙,散有淡黄色乳管群,并常与筛管群交互排列。形成层成环。木质部导管单个散在或数个相聚,呈放射状排列。薄壁细胞含菊糖。

(2)取本品粉末1g,加甲醇25ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水15ml使溶解,通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.5cm,柱高为10cm),用水50ml洗脱,弃去水液,再用50%乙醇50ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取党参炔苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液2～4μl、对照品溶液2μl,分别点于同一高效硅胶G薄层板上,以正丁醇-冰醋酸-水(7:1:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在100℃加热至斑点显色清晰,分别置日光和紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点或荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过16.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分 不得过5.0%(附录Ⅸ K)。

■**二氧化硫残留量** 照二氧化硫残留量测定法(附录Ⅸ U)测定,不得过400mg/kg。■[增订]

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定,用45%乙醇作溶剂,不得少于55.0%。

饮片

【炮制】 **党参片** 除去杂质,洗净,润透,切厚片,干燥。

本品呈类圆形的厚片。外表皮灰黄色至黄棕色,有时可见根头部有多数疣状突起的茎痕和芽。切面皮部淡黄色至淡棕色,木部淡黄色,有裂隙或放射状纹理。有特殊香气,味微甜。

【鉴别】【检查】【浸出物】 同药材。

米炒党参 取党参片,照炒法(附录Ⅱ D)用米拌炒至表面深黄色,取出,筛去米,放凉。

每100kg党参片,用米20kg。

本品形如党参片,表面深黄色,偶有焦斑。

【检查】 **水分** 同药材,不得过10.0%。

【鉴别】【检查】(总灰分 ■二氧化硫残留量■[增订]) **【浸出物】** 同药材。

【性味与归经】 甘,平。归脾、肺经。

【功能与主治】 健脾益肺,养血生津。用于脾肺气虚,食少倦怠,咳嗽虚喘,气血不足,面色萎黄,心悸气短,津伤口渴,内热消渴。

【用法与用量】 9～30g。

【注意】 不宜与藜芦同用。

【贮藏】 置通风干燥处,防蛀。

粉 葛

Fenge

PUERARIAE THOMSONII RADIX

本品为豆科植物甘葛藤 *Pueraria thomsonii* Benth. 的干燥根。秋、冬二季采挖,除去外皮,稍干,截段或再纵切两半或斜切成厚片,干燥。

【性状】 本品呈圆柱形、类纺锤形或半圆柱形,长12～15cm,直径4～8cm;有的为纵切或斜切的厚片,大小不一。表面黄白色或淡棕色,未去外皮的呈灰棕色。体重,质硬,富粉性,横切面可见由纤维形成的浅棕色同心性环纹,纵切面可

见由纤维形成的数条纵纹。气微，味微甜。

【鉴别】 (1)本品粉末黄白色。淀粉粒甚多，单粒少见，圆球形，直径8～15μm，脐点隐约可见；复粒多，由2～20多个分粒组成。纤维多成束，壁厚，木化，周围细胞大多含草酸钙方晶，形成晶纤维，含晶细胞壁木化增厚。石细胞少见，类圆形或多角形，直径25～43μm。具缘纹孔导管较大，纹孔排列极为紧密。

(2)取本品粉末0.8g，加甲醇10ml，放置2小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取葛根素对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，使成条状，以二氯甲烷-甲醇-水(7∶2.5∶0.25)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过14.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分 不得过5.0%(附录Ⅸ K)。

■**二氧化硫残留量** 照二氧化硫残留量测定法(附录Ⅸ U)测定，不得过400mg/kg。■[增订]

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定，用70%乙醇作溶剂，不得少于10.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(25∶75)为流动相；检测波长为250nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取葛根素对照品适量，精密称定，加30%乙醇制成每1ml含80μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末(过三号筛)约0.8g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入30%乙醇50ml，密塞，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用30%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含葛根素($C_{21}H_{20}O_9$)不得少于0.30%。

饮片

【炮制】 除去杂质，洗净，润透，切厚片或切块，干燥。

本品呈不规则的厚片或立方块状。外表面黄白色或淡棕色。切面黄白色，横切面有时可见由纤维形成的浅棕色同心性环纹，纵切面可见由纤维形成的数条纵纹。体重，质硬，富粉性。气微，味微甜。

【检查】 **水分** 同药材，不得过12.0%。

【鉴别】 **【检查】**(总灰分 ■二氧化硫残留量■[增订]) **【浸出物】** **【含量测定】** 同药材。

【性味与归经】 甘、辛，凉。归脾、胃经。

【功能与主治】 解肌退热，生津止渴，透疹，升阳止泻，通经活络，解酒毒。用于外感发热头痛，项背强痛，口渴，消渴，麻疹不透，热痢，泄泻，眩晕头痛，中风偏瘫，胸痹心痛，酒毒伤中。

【用法与用量】 10～15g。

【贮藏】 置通风干燥处，防蛀。

黄 连

Huanglian

COPTIDIS RHIZOMA

本品为毛茛科植物黄连 *Coptis chinensis* Franch.、三角叶黄连 *Coptis deltoidea* C. Y. Cheng et Hsiao 或云连 *Coptis teeta* Wall. 的干燥根茎。以上三种分别习称"味连"、"雅连"、"云连"。秋季采挖，除去须根和泥沙，干燥，撞去残留须根。

【性状】 **味连** 多集聚成簇，常弯曲，形如鸡爪，单枝根茎长3～6cm，直径0.3～0.8cm。表面灰黄色或黄褐色，粗糙，有不规则结节状隆起、须根及须根残基，有的节间表面平滑如茎秆，习称"过桥"。上部多残留褐色鳞叶，顶端常留有残余的茎或叶柄。质硬，断面不整齐，皮部橙红色或暗棕色，木部鲜黄色或橙黄色，呈放射状排列，髓部有的中空。气微，味极苦。

雅连 多为单枝，略呈圆柱形，微弯曲，长4～8cm，直径0.5～1cm。"过桥"较长。顶端有少许残茎。

云连 弯曲呈钩状，多为单枝，较细小。

【鉴别】 (1)本品横切面：味连 木栓层为数列细胞，其外有表皮，常脱落。皮层较宽，石细胞单个或成群散在。中柱鞘纤维成束或伴有少数石细胞，均显黄色。维管束外韧型，环列。木质部黄色，均木化，木纤维较发达。髓部均为薄壁细胞，无石细胞。

雅连 髓部有石细胞。

云连 皮层、中柱鞘及髓部均无石细胞。

(2)取本品粉末0.25g，加甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，取滤液作为供试品溶液。另取黄连对照药材0.25g，同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各1μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水-三乙胺(3∶3.5∶1∶1.5∶0.5∶1)为展开剂，置用浓氨试液预饱和20分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显4个以上相同颜色的荧光斑点；对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过14.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分 不得过5.0%(附录Ⅸ K)。

【浸出物】 照醇溶性浸出物测定法(附录Ⅹ A)项下的热浸法测定，用稀乙醇作溶剂，不得少于15.0%。

【含量测定】 **味连** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液（50：50）（每100ml中加十二烷基硫酸钠0.4g，再以磷酸调节pH值为4.0）为流动相；检测波长为345nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含90.5μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品粉末（过二号筛）约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸（100：1）的混合溶液50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液2ml，置10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，以盐酸小檗碱对照品的峰面积为对照，分别计算小檗碱、表小檗碱、黄连碱和巴马汀的含量，用待测成分色谱峰与盐酸小檗碱色谱峰的相对保留时间确定。

表小檗碱、黄连碱、巴马汀、小檗碱的峰位，其相对保留时间应在规定值的±5%范围之内，即得。相对保留时间见下表：

待测成分（峰）	相对保留时间
表小檗碱	0.71
黄连碱	0.78
巴马汀	0.91
小檗碱	1.00

本品按干燥品计算，以盐酸小檗碱（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）计，含小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4$）不得少于5.5%，表小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4$）不得少于0.80%，黄连碱（$C_{19}H_{13}NO_4$）不得少于1.6%，巴马汀（$C_{21}H_{21}NO_4$）不得少于1.5%。

雅连按干燥品计算，以盐酸小檗碱（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）计，含小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4$）不得少于4.5%。

云连按干燥品计算，以盐酸小檗碱（$C_{20}H_{18}ClNO_4$）计，■含小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4$）■[订正]不得少于7.0%。

饮片（味连）

【炮制】 **黄连片**　除去杂质，润透后切薄片，晾干，或用时捣碎。

本品呈不规则的薄片。外表皮灰黄色或黄褐色，粗糙，有细小的须根。切面或碎断面鲜黄色或红黄色，具放射状纹理，气微，味极苦。

【检查】 **水分**　同药材，不得过12.0%。

总灰分　同药材，不得过3.5%。

【含量测定】　同药材，以盐酸小檗碱计，含小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4$）不得少于5.0%，含表小檗碱（$C_{20}H_{17}NO_4$）、黄连碱（$C_{19}H_{13}NO_4$）和巴马汀（$C_{21}H_{21}NO_4$）的总量不得少于3.3%。

【鉴别】（除横切面外）**【浸出物】**　同药材。

酒黄连　取净黄连，照酒炙法（附录Ⅱ D）炒干。

每100kg黄连，用黄酒12.5kg。

本品形如黄连片，色泽加深。略有酒香气。

【鉴别】【检查】【浸出物】【含量测定】　同黄连片。

姜黄连　取净黄连，照姜汁炙法（附录Ⅱ D）炒干。

每100kg黄连，用生姜12.5kg。

本品形如黄连片，表面棕黄色。有姜的辛辣味。

【鉴别】【检查】【浸出物】【含量测定】　同黄连片。

萸黄连　取吴茱萸加适量水煎煮，煎液与净黄连拌匀，待液吸尽，炒干。

每100kg黄连，用吴茱萸10kg。

本品形如黄连片，表面棕黄色。有吴茱萸的辛辣香气。

【鉴别】　取本品粉末2g，加三氯甲烷20ml，超声处理30分钟，滤过，滤渣同法处理两次，合并滤液，减压回收溶剂至干，加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取吴茱萸对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取柠檬苦素对照品，加三氯甲烷制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液6μl、对照药材溶液3μl和对照品溶液2μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-三氯甲烷-丙酮-甲醇-二乙胺（5：2：2：1：0.2）为展开剂，预饱和30分钟，展开，取出，晾干，喷以2%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】【浸出物】【含量测定】　同黄连片。

【性味与归经】　苦，寒。归心、脾、胃、肝、胆、大肠经。

【功能与主治】　清热燥湿，泻火解毒。用于湿热痞满，呕吐吞酸，泻痢，黄疸，高热神昏，心火亢盛，心烦不寐，心悸不宁，血热吐衄，目赤，牙痛，消渴，痈肿疔疮；外治湿疹，湿疮，耳道流脓。酒黄连善清上焦火热。用于目赤，口疮。姜黄连清胃和胃止呕。用于寒热互结，湿热中阻，痞满呕吐。萸黄连舒肝和胃止呕。用于肝胃不和，呕吐吞酸。

【用法与用量】　2～5g。外用适量。

【贮藏】　置通风干燥处。

酸枣仁

Suanzaoren

ZIZIPHI SPINOSAE SEMEN

本品为鼠李科植物酸枣 *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) Hu ex H. F. Chou的干燥成熟种子。秋末冬初采收成熟果实，除去果肉和核壳，收集种子，晒干。

【性状】　本品呈扁圆形或扁椭圆形，长5～9mm，宽5～

7mm，厚约3mm。表面紫红色或紫褐色，平滑有光泽，有的有裂纹。有的两面均呈圆隆状突起；有的一面较平坦，中间有1条隆起的纵线纹；另一面稍突起。一端凹陷，可见线形种脐；另端有细小突起的合点。种皮较脆，胚乳白色，子叶2，浅黄色，富油性。气微，味淡。

【鉴别】 (1)本品粉末棕红色。种皮栅状细胞棕红色，表面观多角形，直径约15μm，壁厚，木化，胞腔小；侧面观呈长条形，外壁增厚，侧壁上、中部甚厚，下部渐薄；底面观类多角形或圆多角形。种皮内表皮细胞棕黄色，表面观长方形或类方形，垂周壁连珠状增厚，木化。子叶表皮细胞含细小草酸钙簇晶和方晶。

(2)取本品粉末1g，加甲醇30ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取酸枣仁皂苷A对照品、酸枣仁皂苷B对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以水饱和的正丁醇为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，立即检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品粉末1g，加石油醚(60～90℃)30ml，加热回流2小时，滤过，弃去石油醚液，药渣挥干，加甲醇30ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取酸枣仁对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取斯皮诺素对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以水饱和的正丁醇为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同的蓝色荧光斑点。

【检查】 **杂质**(核壳等)　不得过5%(附录Ⅸ A)。

水分　不得过9.0%(附录Ⅸ H第一法)。

总灰分　不得过7.0%(附录Ⅸ K)。

黄曲霉毒素　照黄曲霉毒素测定法(附录Ⅸ V)测定。

取本品粉末(过二号筛)约5g，精密称定，加入氯化钠3g，照黄曲霉毒素测定法项下供试品的制备方法，测定，计算，即得。

本品每1000g含黄曲霉毒素B_1不得过5μg，含黄曲霉毒素G_2、黄曲霉毒素G_1、黄曲霉毒素B_2和黄曲霉毒素B_1的总量不得过10μg。

【含量测定】 **酸枣仁皂苷A**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B；按下表中的规定进行梯度洗脱；蒸发光散射检测器检测。理论板数按酸枣仁皂苷A峰计算应不低于2000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～15	20→40	80→60
15～28	40	60
28～30	40→70	60→30
30～32	70→100	30→0

对照品溶液的制备　取酸枣仁皂苷A对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品粉末(过四号筛)约1g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚(60～90℃)适量，加热回流4小时，弃去石油醚液，药渣挥去溶剂，转移至锥形瓶中，加入70%乙醇20ml，加热回流2小时，滤过，滤渣用70%乙醇5ml洗涤，合并洗液与滤液，回收溶剂至干，残渣加甲醇溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液5μl、20μl，供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程计算，即得。

本品按干燥品计算，含酸枣仁皂苷A($C_{58}H_{94}O_{26}$)不得少于0.030%。

斯皮诺素　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以水为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为335nm。理论板数按斯皮诺素峰计算应不低于2000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～10	12→19	88→81
10～16	19→20	81→80
16～22	20→100	80→0
22～30	100	0

对照品溶液的制备　取斯皮诺素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取酸枣仁皂苷A〔含量测定〕项下的续滤液，作为供试品溶液。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含斯皮诺素($C_{28}H_{32}O_{15}$)不得少于0.080%。

饮片

【炮制】 ▪酸枣仁▪[订正]除去残留核壳。用时捣碎。

【性状】 ▪**【鉴别】**▪[订正] **【检查】**(水分　总灰分) **【含量测定】**同药材。

炒酸枣仁　取净酸枣仁，照清炒法(附录Ⅱ D)炒至鼓起，色微变深。用时捣碎。

本品形如酸枣仁。表面微鼓起，微具焦斑。略有焦香气，味淡。

【检查】 ▪水分▪[订正]同药材，不得过7.0%。

总灰分 同药材,不得过4.0%。

【鉴别】 ■**【含量测定】**■[订正]同药材。

【性味与归经】 甘、酸,平。归肝、胆、心经。

【功能与主治】 养心补肝,宁心安神,敛汗,生津。用于虚烦不眠,惊悸多梦,体虚多汗,津伤口渴。

【用法与用量】 10~15g。

【贮藏】 置阴凉干燥处,防蛀。

十一味参芪片(参芪片)

Shiyiwei Shenqi Pian

【处方】 人参(去芦) 黄芪
天麻 当归
熟地黄 泽泻
决明子 菟丝子
鹿角 枸杞子
细辛

【制法】 以上十一味,人参、细辛、当归及部分黄芪分别粉碎成细粉;鹿角锯成小块,加压煎煮,煎液备用;鹿角砸碎,和剩余诸药加水煎煮二次,合并煎液及鹿角煎液,滤过,滤液减压浓缩至适量,喷雾干燥,粉碎成细粉,与上述细粉混匀,制颗粒,压制成1000片,包糖衣或薄膜衣,即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片,除去包衣后显棕褐色;气芳香,味微苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙簇晶直径20~68μm,棱角锐尖(人参)。纤维成束或散离,壁厚,表面有纵裂纹,两端断裂成帚状或较平截(黄芪)。■薄壁细胞纺锤形,壁略厚,表面有极微细的斜向交错纹理(当归)。■[增订]

(2)取本品,除去包衣,研细,取约3g,加水3ml使湿润,加水饱和正丁醇20ml,超声处理30分钟,取上清液,加三倍量氨试液,摇匀,放置使分层,取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取人参对照药材1g,加水1ml,同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg_1对照品,加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各■5μl■[修订],分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液。在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品,除去包衣,研细,取约■4g,加乙醇40ml,加热回流30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加0.3%氢氧化钠溶液20ml使溶解,滤过,滤液用稀盐酸调节pH值至5~6,用乙酸乙酯25ml振摇提取,分取乙酸乙酯液,用铺有适量无水硫酸钠的滤纸滤过,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯液1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪对照药材2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(10:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏后,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。■[修订]

■(4)取本品,除去包衣,研细,取约3g,加乙酸乙酯40ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取当归对照药材1g,加乙酸乙酯15ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。■[增订]

■(5)取本品,除去包衣,研细,取3g,加水30ml,加热煮沸30分钟,放冷,离心,上清液用乙酸乙酯振摇提取2次,每次20ml,合并乙酸乙酯提取液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取熟地黄对照药材1g,加水20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯肼试液,在105℃加热至斑点显色清晰,在日光下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。■[增订]

■(6)取本品,除去包衣,研细,取5g,加甲醇30ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水10ml使溶解,再加盐酸1ml,加热回流30分钟,立即冷却,用乙醚振摇提取2次,每次20ml,合并乙醚提取液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取决明子对照药材1g,加甲醇10ml,同法制成对照药材溶液。再取大黄酚对照品、橙黄决明素对照品,加无水无醇-乙酸乙酯(1:1)制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各3μl,分别点于同一硅胶H薄层板上,以石油醚(30~60℃)-丙酮(2:1)为展开剂,预平衡30分钟,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏至斑点显色清晰。供试品色谱图中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。■[修订]

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 ■**人参** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%磷酸溶液(20:80)为流动相;检测波长为203nm。理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含人参皂苷Rg_1 0.06mg、人参皂苷Re 0.2mg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约3g，精密称定，置索氏提取器中，用乙酸乙酯加热回流3小时，弃去乙酸乙酯液，药渣挥尽溶剂，用甲醇回流提取至回流液无色，提取液蒸干，残渣加水30ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取4次(30ml，30ml，20ml，20ml)，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的氨试液洗涤2次(30ml，20ml)，再用正丁醇饱和的水50ml洗涤，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含人参以人参皂苷Rg_1($C_{42}H_{72}O_{14}$)和人参皂苷Re($C_{48}H_{82}O_{18}$)的总量计，不得少于0.12mg。■[增订]

■天麻■[修订]　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(2：98)为流动相；检测波长为220nm。理论板数按天麻素峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备　取天麻素对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇50ml，称定重量，加热回流2小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，浓缩至近干，残渣用流动相溶解，转移至10ml量瓶中，并用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含天麻以天麻素($C_{13}H_{18}O_7$)计不得少于0.15mg。

【功能与主治】　补脾益气。用于脾气虚所致的体弱、四肢无力。

【用法与用量】　口服。一次4片，一日3次。

【规格】　(1)薄膜衣　每片重0.3g　(2)糖衣片(片心重0.3g)

【贮藏】　密封。

十全大补丸
Shiquan Dabu Wan

【处方】

党参 80g	炒白术 80g
茯苓 80g	炙甘草 40g
当归 120g	川芎 40g
酒白芍 80g	熟地黄 120g
炙黄芪 80g	肉桂 20g

【制法】　以上十味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末用炼蜜35～50g加适量的水泛丸，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜100～120g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】　本品为棕褐色至黑褐色的水蜜丸■、小蜜丸■[增订]或大蜜丸；气香，味甘而微辛。

【鉴别】　(1)取本品，置显微镜下观察：不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛试液溶化；菌丝无色或淡棕色，直径4～6μm(茯苓)。联结乳管直径12～15μm，含细小颗粒状物(党参)。薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物(熟地黄)。纤维成束或散离，壁厚，表面有纵裂纹，两端断裂成帚状或较平截(炙黄芪)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(炙甘草)。草酸钙针晶细小，长10～32μm，不规则地充塞于薄壁细胞中(炒白术)。草酸钙簇晶直径18～32μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行，或一个细胞中含有数个簇晶(酒白芍)。薄壁细胞纺锤形，壁略厚，有极微细的斜向交错纹理(当归)。石细胞类圆形或类长方形，直径32～88μm，壁一面菲薄(肉桂)。螺纹导管直径14～50μm，增厚壁互相连结，似网状螺纹导管(川芎)。

(2)■取本品水蜜丸18g，研细；或取小蜜丸、大蜜丸18g，剪碎，■[修订]加硅藻土10g，研匀，加乙醇80ml，超声处理20分钟，滤过，取滤液40ml(剩余的滤液备用)，蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次20ml，合并提取液，用水洗涤3次，每次15ml，弃去水洗液，正丁醇液蒸干，残渣加乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：10：0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的备用滤液，作为供试品溶液。另取当归对照药材1g，加乙醇10ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品水蜜丸18g，研细；或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸18g，剪碎，加硅藻土10g，研匀，加乙醚80ml，超声处理15分钟，弃去乙醚液，残渣挥去乙醚，加甲醇80ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇提取3次，每次20ml，合并正丁醇液，用正丁醇饱和的氨试液洗涤2次，每次50ml，再用水20ml洗涤。正丁醇液蒸干，残渣加水25ml使溶解，通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.5cm，柱高为13cm)，先后以水50ml和40%乙醇40ml洗脱，弃去洗脱液，再用70%乙醇80ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各3～8μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15：

40∶22∶10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；置紫外光灯(365nm)下检视，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(17∶83)为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸适量，研细，取约1g，精密称定；或取重量差异项下的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，剪碎，混匀，取约1.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率30kHz)1小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含酒白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计，水蜜丸每1g不得少于0.55mg，■小蜜丸每1g不得少于0.40mg，■[增订]大蜜丸每丸不得少于3.6mg。

【功能与主治】 温补气血。用于气血两虚，面色苍白，气短心悸，头晕自汗，体倦乏力，四肢不温，月经量多。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次6g，■小蜜丸一次9g，■[增订]大蜜丸一次1丸，一日2～3次。

【规格】 ■(1)小蜜丸　每100粒重20g■[增订]　(2)大蜜丸　每丸重9g

【贮藏】 密封。

三七伤药片

Sanqi Shangyao Pian

【处方】

三七 52.5g	制草乌 52.5g
雪上一枝蒿 23g	冰片 1.05g
骨碎补 492.2g	红花 157.5g
接骨木 787.5g	赤芍 87.5g

【制法】 以上八味，除冰片外，制草乌、三七、雪上一枝蒿粉碎成细粉；冰片研细；其余骨碎补等四味加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度1.05(80～90℃)，静置，吸取上清液，浓缩至适量，加入制草乌、三七、雪上一枝蒿细粉，制成颗粒，干燥，加入冰片细粉，混匀，压制成1000片，包糖衣■或薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣■[增订]，除去包衣后显棕褐色；味微苦。

【鉴别】 (1)取本品10片，除去■包■[修订]衣，研细，加甲醇15ml，超声处理1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷Rg_1对照品、三七皂苷R_1对照品，加甲醇制成每1ml各含2mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-正丁醇-甲醇-水(2∶4∶1∶2)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热数分钟。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的紫红色斑点。

(2)取本品6片，除去■包■[修订]衣，研细，加甲醇50ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次25ml，合并正丁醇液，用正丁醇饱和的水洗涤2次，每次25ml，正丁醇液回收溶剂至干，残渣加甲醇1ml使溶解，加在中性氧化铝柱(100～200目，5g，内径为1～1.5cm)上，用甲醇50ml洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13∶7∶2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **乌头碱限量** 取本品30片，除去■包■[修订]衣，研细，加乙醚150ml，振摇10分钟，加氨试液10ml，振摇30分钟，放置2小时，分取乙醚液，回收溶剂至干，残渣用无水乙醇溶解并转移至2ml量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取乌头碱对照品，加无水乙醇制成每1ml含1.0mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-二乙胺(4∶3∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点应小于对照品的斑点，或不出现斑点。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(20∶80)为流动相；检测波长为283nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取柚皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含80μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，除去■包■[修订]衣，精密称定，研细，取约0.5g，精密称定，精密加入甲醇25ml，称定重量，超声处理(功率350W，频率50kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，离心，取上清液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含骨碎补以柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)计，不得少于0.50mg。

【功能与主治】 舒筋活血，散瘀止痛。用于跌打损伤，风湿瘀阻，关节痹痛；急慢性扭挫伤、神经痛见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次3片，一日3次；或遵医嘱。

【注意】 本品药性强烈，应按规定量服用；孕妇忌用；有心血管疾病患者慎用。

■**【规格】** (1)薄膜衣　每片重0.3g　(2)薄膜衣　每片重0.35g■[增订]

【贮藏】 密封。

三九胃泰胶囊

Sanjiu Weitai Jiaonang

【处方】 三叉苦　九里香
两面针　木香
黄芩　茯苓
地黄　白芍

【制法】 以上八味，加水煎煮二次，滤过，合并滤液，滤液静置，取上清液浓缩成稠膏，制粒，装入胶囊，即得。

【性状】 本品为胶囊剂，内容物为棕黄色至深棕色的颗粒和粉末；味苦。

【鉴别】 (1)取本品内容物2g，加水10ml使溶解，用浓氨试液调节pH值至12，加二氯甲烷振摇提取3次，每次30ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加二氯甲烷0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取两面针对照药材1g，加水50ml，煎煮20分钟，滤过，滤液同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10～20μl、对照药材溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，使成条状，以正丁醇-醋酸-水(7：1：2)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品内容物0.4g，加乙醇30ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml加热使溶解，放冷，用盐酸调节pH值至1～2，用乙酸乙酯30ml振摇提取，分取乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩对照药材0.2g，加乙醇20ml，同法制成对照药材溶液。再取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以乙酸乙酯-甲醇-醋酸(4：1：10)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品内容物0.4g，加乙醇30ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，放冷，残渣加乙醇15ml分次洗涤，滤过，合并滤液，蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白芍对照药材0.6g，加乙醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。再取芍药苷对照品，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，使成条状，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：9：0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品内容物0.4g，加甲醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加二氯甲烷-甲醇(1：1)1ml使溶解，作为供试品溶液。另取九里香(千里香)对照药材1.5g，同法制成对照药材溶液。再取九里香酮对照品，加二氯甲烷-甲醇(1：1)制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液4μl、对照药材溶液及对照品溶液各1μl，分别点于同一用4%草酸溶液制备的硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-甲醇(23：1)为展开剂，在用展开剂预饱和1小时的展开缸内展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-磷酸盐缓冲溶液[0.05mol/L磷酸二氢钾溶液-0.05mol/L磷酸溶液(2：3)](45：55)为流动相；检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.5g，精密称定，加水60ml，加热使溶解，放冷，转移至100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，精密量取10ml，加1mol/L盐酸溶液调节pH值至3，加乙酸乙酯振摇提取4次，每次30ml，合并乙酸乙酯溶液，回收乙酸乙酯，蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，不得少于■7.5■[修订]mg。

【功能与主治】 清热燥湿，行气活血，柔肝止痛。用于湿热内蕴、气滞血瘀所致的胃痛，症见脘腹隐痛、饱胀反酸、恶心呕吐、嘈杂纳减；浅表性胃炎、糜烂性胃炎、萎缩性胃炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次2～4粒，一日2次。

【注意】 胃寒患者慎用；忌油腻、生冷、难消化食物。

【规格】 每粒装0.5g

【贮藏】 密封。

注:九里香 为芸香科植物千里香 *Murraya paniculata* (L.)Jack 的干燥叶和带叶嫩枝。

女 金 丸

Nüjin Wan

【处方】

当归 140g	白芍 70g
川芎 70g	熟地黄 70g
党参 55g	炒白术 70g
茯苓 70g	甘草 70g
肉桂 70g	益母草 200g
牡丹皮 70g	没药(制)70g
醋延胡索 70g	藁本 70g
白芷 70g	黄芩 70g
白薇 70g	醋香附 150g
砂仁 50g	陈皮 140g
煅赤石脂 70g	鹿角霜 150g
阿胶 70g	

【制法】 以上二十三味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每100g粉末用炼蜜35～50g加适量的水制丸,干燥,制成水蜜丸;或加炼蜜120～150g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕褐色至黑棕色的水蜜丸、■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;气芳香,味甜、微苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:糊化淀粉粒团块淡黄色(延胡索)。不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛试液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4～6μm(茯苓)。非腺毛1～3细胞,稍弯曲,壁有疣状突起(益母草)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(陈皮)。纤维单个散在,长梭形,直径24～50μm,壁厚,木化(肉桂)。内种皮厚壁细胞黄棕色或棕红色,表面观类多角形,壁厚,胞腔含硅质块(砂仁)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草)。韧皮纤维淡黄色,梭形,壁厚,孔沟细(黄芩)。纤维成束,红棕色或黄棕色,壁甚厚(香附)。薄壁组织灰棕色至黑棕色,细胞多皱缩,内含棕色核状物(熟地黄)。薄壁细胞纺锤形,壁略厚,有极微细的斜向交错纹理(当归)。不规则块片半透明,边缘折光较强,表面有纤细短纹理和小孔及细裂隙(鹿角霜)。

(2)取本品水蜜丸10g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸18g,剪碎,置500ml圆底烧瓶中,加水200ml,连接挥发油测定器,自测定器上端加水至刻度并溢流入烧瓶时为止,再加入石油醚(60～90℃)1ml,连接回流冷凝管,加热并保持微沸1小时,放冷,取石油醚液作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品,加石油醚(60～90℃)制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(3:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以2%三氯化铁乙醇溶液-盐酸(50:1)的混合溶液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取桂皮醛对照品,加石油醚(60～90℃)制成每1ml含0.5μl的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液5μl与上述对照品溶液2μl,分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(17:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以二硝基苯肼乙醇试液,放置30分钟至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取本品水蜜丸5g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸9g,剪碎,加水60ml,搅拌使溶散,加热回流30分钟,放冷,离心,取上清液,用稀盐酸调pH值至1～2,离心,取上清液,滤过,滤液通过732氢型阳离子交换树脂柱(内径为10mm,柱高为15cm),流速为每分钟1.0～1.5ml,以水洗至洗脱液近无色,弃去洗脱液,再以氨溶液(15→100)30ml洗脱,收集洗脱液,水浴蒸干,残渣用80%乙醇10ml分次溶解,加在活性炭-中性氧化铝柱(活性炭100目以上,0.3g;中性氧化铝100～200目,2g;混匀,装柱,内径为15mm)上,用80%乙醇20ml洗脱,收集流出液与洗脱液,蒸干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取盐酸水苏碱对照品,加甲醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2～5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正丁醇-乙酸乙酯-盐酸(8:1:3)为展开剂,展开,取出,晾干12小时以上,喷以稀碘化铋钾试液,放置2.5小时,再次喷稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取本品水蜜丸10g,研碎,加浓氨试液5ml;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸18g,剪碎,加硅藻土10g,研匀,加浓氨试液10ml,密塞,振摇,放置10分钟,加三氯甲烷60ml,加热回流30分钟,滤过,滤液浓缩至约10ml,用0.5mol/L盐酸溶液振摇提取2次,每次10ml,合并提取液,加浓氨试液5ml(使pH值至11以上),用三氯甲烷振摇提取2次,每次10ml,合并三氯甲烷液,水浴蒸干,残渣用三氯甲烷溶解使成0.5ml,作为供试品溶液。另取延胡索对照药材0.5g,加浓氨试液0.5ml,振摇,放置10分钟,加三氯甲烷20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10～20μl、对照药材溶液10μl,分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以甲苯-丙酮(9:2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

(6)取本品水蜜丸5g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸9g,剪碎,加硅藻土5g,研匀,加甲醇50ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水5ml使溶解,用脱脂棉滤过,滤液通

过D101型大孔吸附树脂柱(16～60目,内径为1.5cm,柱高为15cm),流速为每分钟1.0～1.5ml,依次以水、30%乙醇各50ml洗脱,弃去洗脱液,继用70%乙醇50ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣用50%乙醇5ml溶解,通过聚酰胺柱(100～200目,1g,内径为1cm,湿法装柱),用50%乙醇10ml洗脱,收集流出液及洗脱液,备用;继用乙醇10ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芩对照药材0.1g,加甲醇5ml,超声处理10分钟,摇匀,静置,取上清液作为对照药材溶液。再取黄芩苷对照品,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各4μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以醋酸为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(7)取〔鉴别〕(6)项下的备用溶液,水浴蒸去乙醇,加水至约5ml,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次5ml,水溶液备用;合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取陈皮对照药材0.1g,加甲醇5ml,超声处理10分钟,静置,取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(28∶10∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以三氯化铝试液,在105℃加热约5分钟,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(8)取〔鉴别〕(7)项下的备用水溶液,用水饱和的正丁醇振摇提取2次,每次8ml,合并正丁醇提取液,蒸干,残渣用甲醇5ml分次溶解,加在中性氧化铝柱(100～200目,2g,内径为1cm)上,用80%甲醇20ml洗脱,收集流出液及洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取芍药苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15∶40∶18∶10)10℃以下放置分层的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以2%香草醛硫酸溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下的有关规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-0.1%磷酸溶液(12∶13∶75)为流动相(必要时,每次进样测定后增加乙腈的比例,尽快冲出杂质成分);检测波长为284nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于7000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含30μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸适量,研碎,取约0.7g,精密称定;或取重量差异项下的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,剪碎,混匀,取约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入80%甲醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率400W,频率40kHz)15分钟使溶散,加热回流40分钟,放冷,再称定重量,用80%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计,水蜜丸每1g不得少于1.4mg;■小蜜丸每1g不得少于0.89mg;■[增订]大蜜丸每丸不得少于8.0mg。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【功能与主治】 益气养血,理气活血,止痛。用于气血两虚、气滞血瘀所致的月经不调,症见月经提前、月经错后、月经量多、神疲乏力、经水淋漓不净、行经腹痛。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次5g,■小蜜丸一次9g(45丸),■[增订]大蜜丸一次1丸,一日2次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 (1)水蜜丸 每10丸重2g ■(2)小蜜丸 每100丸重20g■[增订] (3)大蜜丸 每丸重9g

【贮藏】 密封。

小儿退热合剂■(小儿退热口服液)■[订正]

Xiao'er Tuire Heji

Xiao'er Tuire Koufuye

【处方】

大青叶150g	板蓝根90g
金银花90g	连翘90g
栀子90g	牡丹皮90g
黄芩90g	淡竹叶60g
地龙60g	重楼45g
柴胡90g	白薇60g

【制法】 以上十二味,牡丹皮、柴胡、连翘用水蒸气蒸馏,收集蒸馏液,药渣与其余大青叶等九味加水煎煮二次,每次1小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩至相对密度为1.15～1.20(80℃)的清膏,加乙醇使含醇量达70%,静置,取上清液滤过,回收乙醇,浓缩至相对密度为1.20～1.25(80℃),加水搅匀,静置,取上清液,滤过。另取蔗糖400g制成糖浆,与上述药液及蒸馏液合并,加入甜菊素2g、苯甲酸钠或山梨酸钾2g,加水至1000ml,搅匀,滤过,灌装,灭菌,即得。

【性状】 本品为红褐色的液体;气芳香,味苦、辛、微甜。

【鉴别】 (1)取本品1ml,加75%乙醇2ml,摇匀,作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品、绿原酸对照品,分别加75%乙醇制成每1ml含0.1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层

色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各1～2μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以醋酸为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品5ml,蒸至近干,残渣加丙酮2ml使溶解,作为供试品溶液。另取栀子苷对照品,加丙酮制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(3∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品10ml,加水10ml,摇匀,用乙醚振摇提取2次,每次20ml,合并乙醚液,水液备用,乙醚液挥干,残渣加丙酮1ml使溶解,作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品,加丙酮制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(5∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以盐酸酸性5%三氯化铁乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的水液,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次20ml,合并正丁醇液,用氨试液洗涤2次,每次20ml,弃去氨液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取连翘对照药材2g,加乙醇50ml,加热回流30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水30ml微热使溶解,滤过,滤液用乙醚振摇提取2次,每次20ml,弃去乙醚液,水液同法制成对照药材溶液。再取连翘苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-丙酮-甲醇-甲酸(12∶2.5∶2∶0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 **相对密度** 应不低于1.10(附录Ⅶ A)。

pH值 应为4.0～6.0(附录Ⅶ G)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 **栀子** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(20∶80)为流动相;检测波长为238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取栀子苷对照品适量,精密称定,加流动相制成每1ml含40μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品1ml,置50ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液10～20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含栀子以栀子苷($C_{17}H_{24}O_{10}$)计,不得少于0.75mg。

黄芩 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-磷酸(47∶53∶0.2)为流动相;检测波长为278nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品1ml,置50ml量瓶中,加50%甲醇适量,超声处理(功率300W,频率40kHz)5分钟,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计,不得少于1.1mg。

【功能与主治】 疏风解表,解毒利咽。用于小儿外感风热所致的感冒,症见发热恶风、头痛目赤、咽喉肿痛;上呼吸道感染见上述证候者。

【用法与用量】 口服。五岁以下一次10ml,五岁至十岁一次20～30ml,一日3次;或遵医嘱。

【规格】 (1)每支装10ml　(2)每瓶装100ml

【贮藏】 密封。

天和追风膏

Tianhe Zhuifeng Gao

【处方】

生草乌	麻黄
细辛	羌活
乌药	白芷
高良姜	独活
威灵仙	生川乌
肉桂	红花
桃仁	苏木
赤芍	乳香
没药	当归
蜈蚣	蛇蜕
海风藤	牛膝
续断	香加皮
红大戟	麝香酮
龙血竭	肉桂油
冰片	薄荷脑
辣椒浸膏	丁香罗勒油
樟脑	水杨酸甲酯

【制法】 以上三十四味,除麝香酮、龙血竭、肉桂油、冰

片、薄荷脑、辣椒浸膏、丁香罗勒油、樟脑、水杨酸甲酯外，其余生草乌等二十五味粉碎成粗粉，用90%乙醇回流提取，滤过，滤液回收乙醇浓缩成相对密度约1.05(60℃)的清膏，加入上述麝香酮、龙血竭、肉桂油、冰片、薄荷脑、■辣椒浸膏■[订正]、丁香罗勒油、樟脑、水杨酸甲酯、月桂氮䓬酮，混匀，另加3.7～4.0倍重的天然橡胶或合成橡胶、松香等制成的基质，制成涂料，进行涂膏，切段，盖衬，切成小块，即得。

【性状】 本品为黄棕色至淡红棕色的片状或带孔片状橡胶膏；气芳香。

【鉴别】 (1)取本品1片，除去盖衬，剪碎，加甲醇10ml，超声处理45分钟，滤过，滤液蒸至近干，放冷，加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材、独活对照药材各0.5g，分别加甲醇5ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、两种对照药材溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-乙醚-甲酸(5：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品4片，除去盖衬，剪碎，置500ml烧瓶中，加水250ml，连接挥发油测定器，自测定器上端加水使充满刻度部分，并溢流入烧瓶时为止，再加乙酸乙酯5ml，加热回流40分钟，放冷，分取乙酸乙酯液，置已盛有无水硫酸钠约2g的试管中，振摇使溶液澄清，取上清液作为供试品溶液。另取樟脑对照品、薄荷脑对照品、冰片对照品、丁香酚对照品，加乙酸乙酯制成每1ml各含5mg的溶液，作为对照品溶液。照气相色谱法(附录Ⅵ E)试验，以聚乙二醇20 000(PEG-20M)为固定相的毛细管柱(柱长为30m，内径为0.53mm，膜厚度为1μm)；柱温为程序升温，初始温度为130℃，以每分钟15℃的速率升温至180℃，保持6分钟；分流进样，分流比为10：1。分别吸取对照品溶液与供试品溶液各1～2μl，注入气相色谱仪。供试品色谱中，应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【检查】 **乌头碱限量** 取本品2片，除去盖衬，剪碎，加甲醇50ml，超声处理30分钟，滤过，滤渣及容器用甲醇20ml分次洗涤，合并滤液，蒸干，残渣加1%盐酸溶液20ml使溶解，用饱和氢氧化钠溶液调节pH值至12，用三氯甲烷振摇提取3次，每次30ml，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取乌头碱对照品适量，精密称定，加无水乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-二乙胺(8：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应位置上出现的斑点应小于对照品的斑点，或不出现斑点。

黏附性 取本品(剪成70mm×25mm)5片，作为供试品。照贴膏剂黏附力测定法(附录Ⅻ E第二法)测定，取供试品固定于试验板表面，沿供试品长度方向加载200g砝码，置36℃±2℃恒温箱内30分钟，取出，测量供试品在试验板上的位移值，即得。

本品平均位移值不得大于2.5mm。

含膏量 取本品，用三氯甲烷作溶剂，依法(附录Ⅰ I第一法)检查，每100cm^{2}含膏量不得少于1.7g；带孔片状橡胶膏每100cm^{2}不得少于1.6g。

其他 应符合贴膏剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(10：90)为流动相；检测波长为207nm。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取盐酸麻黄碱对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品2片，除去盖衬，剪碎，置125ml圆底烧瓶中，加1%盐酸溶液50ml，加热回流3小时，放冷，滤过，残渣用1%盐酸溶液30ml分3次洗涤，合并酸液，用氢氧化钠的饱和溶液调节pH值至12，用乙醚振摇提取4次(40ml，30ml，30ml，30ml)，合并乙醚液，加盐酸乙醇溶液(1→20)3ml，混匀，低温回收溶剂至干，残渣加50%甲醇适量使溶解，加在中性氧化铝柱(100～200目，1.5g，内径为1cm)上，用50%甲醇洗脱，收集洗脱液约9ml于10ml量瓶中，用50%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每100cm^{2}含麻黄以盐酸麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)计，不得少于100μg。

【功能与主治】 温经散寒，祛风除湿，活血止痛。用于风寒湿闭阻、瘀血阻络所致的痹病，症见关节疼痛，局部畏风寒，腰背痛，屈伸不利，四肢麻木。

【用法与用量】 外用，贴患处。

【注意】 孕妇禁用。偶见皮肤过敏反应。皮肤过敏者慎用，皮肤破损处不宜贴用。

【规格】 7cm×10cm

【贮藏】 密封。

附：辣椒浸膏

〔制法〕 取辣椒200g，粉碎成粗粉，用90%乙醇浸渍2小时以上，加热回流提取三次，第一次2小时，第二次1.5小时，第三次1小时，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度为1.10(55℃)的浸膏，即得。

〔性状〕 本品为深红色的稠厚液体；味极辣。

〔检查〕 相对密度 应为1.05～1.20(55℃)(附录Ⅶ A)。

其他 应符合流浸膏剂与浸膏剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ O)。

〔含量测定〕 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(46：54)为流动相；检测波长为205nm。理论板数按辣椒素峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取辣椒素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含1μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品约0.5g，精密称定，置50ml量瓶中，加入80%乙醇40ml，超声处理(功率400W，频率40kHz)10分钟，放冷，加80%乙醇至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，加流动相至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含辣椒素($C_{18}H_{27}NO_3$)不得少于0.20%。

〔贮藏〕　密封。

天　麻　丸

Tianma Wan

【处方】

天麻 60g	羌活 100g
独活 50g	盐杜仲 70g
牛膝 60g	粉萆薢 60g
附子(制)10g	当归 100g
地黄 160g	玄参 60g

【制法】　以上十味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末用炼蜜40～50g加适量的水泛丸，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜90～110g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】　本品为黑褐色的水蜜丸或黑色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；气微香，味微甜、略苦麻。

【鉴别】　(1)取本品，置显微镜下观察：草酸钙针晶成束或散在，长25～48μm(天麻)。石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，层纹明显，直径约94μm(玄参)。橡胶丝条状或扭曲成团，表面带颗粒性(盐杜仲)。薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物(地黄)。油管含棕黄色分泌物，直径约100μm(当归)。草酸钙砂晶存在于薄壁细胞中(牛膝)。木化薄壁细胞淡黄色或黄色，成片或单个散在，长椭圆形、纺锤形或长梭形，一端常狭尖或有分枝，壁稍厚，纹孔横裂缝状，孔沟明显(粉萆薢)。

(2)取本品水蜜丸5g，研碎，加水饱和的正丁醇30ml；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸8g，剪碎，加硅藻土5g，研匀，加水饱和的正丁醇60ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水2ml溶解，加在D101型大孔吸附树脂柱(内径为1cm，柱高为16cm)上，先用水15ml以每分钟0.5ml的流速洗脱，再用10%乙醇40ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取天麻对照药材0.5g，加水饱和的正丁醇10ml，同法制成对照药材溶液。再取天麻素对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液1～2μl、对照药材溶液和对照品溶液各3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(8：1：3：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，在110℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品水蜜丸5g，研碎，或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸8g，剪碎，加硅藻土2g，研匀，加石油醚(60～90℃)20ml，加热回流20分钟，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取羌活对照药材0.5g，加石油醚(60～90℃)20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液3～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-甲苯-乙酸乙酯(2：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，在105℃加热约5分钟。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显一相同颜色的斑点。

(4)取当归对照药材0.2g，加乙醚10ml，加热回流20分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液5μl和上述对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显一相同颜色的荧光主斑点。

(5)取本品水蜜丸10g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸12g，剪碎，加硅藻土6g，研匀，加乙醚40ml，加热回流20分钟，滤过，取药渣，挥尽乙醚，加70%乙醇60ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液中加入盐酸2ml，加热回流1小时，浓缩至约5ml，加水10ml，用石油醚(60～90℃)振摇提取2次，每次20ml，合并石油醚液，蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取牛膝对照药材1g，加乙醚40ml，同法制成对照药材溶液，再取齐墩果酸对照品，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液和对照品溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-三氯甲烷-甲醇(5：10：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热约5分钟。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】　应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(58：42)为流动相；检测波长为320nm；柱温为45℃。理论板数按异欧前胡素峰计算应不低于20 000。

对照品溶液的制备　取异欧前胡素对照品和蛇床子素对

照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含10μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸适量，研碎，混匀，取1g，精密称定；或取重量差异项下的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，剪碎，混匀，取5g，精密称定，精密加入硅藻土5g，研匀，取4g，精密称定。置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，浸泡过夜，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含羌活和独活以异欧前胡素（$C_{16}H_{14}O_4$）和蛇床子素（$C_{15}H_{16}O_3$）的总量计，水蜜丸每1g不得少于0.2mg；■小蜜丸每1g不得少于0.13mg；■[增订]大蜜丸每丸不得少于1.2mg。

【功能与主治】 祛风除湿，通络止痛，补益肝肾。用于风湿瘀阻、肝肾不足所致的痹病，症见肢体拘挛、手足麻木、腰腿痠痛。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次6g，■小蜜丸一次9g，■[增订]大蜜丸一次1丸，一日2～3次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 （1）■小蜜丸 每100丸重20g■[增订] （2）大蜜丸 每丸重9g

【贮藏】 密封。

五福化毒丸

Wufu Huadu Wan

【处方】 水牛角浓缩粉 20g　连翘 60g
青黛 20g　黄连 5g
炒牛蒡子 50g　玄参 60g
地黄 50g　桔梗 50g
芒硝 5g　赤芍 50g
甘草 60g

【制法】 以上十一味，除水牛角浓缩粉外，其余连翘等十味粉碎成细粉；将水牛角浓缩粉研细，与上述粉末配研，过筛，混匀。每100g粉末用炼蜜45～55g和适量的水泛丸，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜100～120g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黑色的水蜜丸■、小蜜丸■[增订]或大蜜丸；味甜、微苦、咸。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：不规则块片或颗粒蓝色（青黛）。联结乳管直径14～25μm，含淡黄色颗粒状物（桔梗）。石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，层纹明显，直径约94μm（玄参）。内果皮石细胞表面观呈尖梭形或长圆形，镶嵌紧密，侧面观类长方形或长条形，壁厚，木化，纹孔横长（炒牛蒡子）。纤维束鲜黄色，壁稍厚，纹孔明显（黄连）。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（甘草）。内果皮纤维上下层纵横交错，纤维短梭形（连翘）。薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物（地黄）。

（2）取本品水蜜丸6g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸9g，剪碎，加硅藻土4～5g，研匀。加乙醚30ml，超声处理10分钟，滤过，滤液挥干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取靛蓝对照品、靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-三氯甲烷-丙酮（5∶4∶1）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品水蜜丸10g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸14g，剪碎，加硅藻土7g，研匀。加三氯甲烷30ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取牛蒡子对照药材0.5g，加三氯甲烷30ml，同法制成对照药材溶液。再取牛蒡苷对照品，加乙醇制成每1ml含5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（40∶8∶1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品水蜜丸1.5g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸2g，剪碎，加硅藻土1g，研匀。加盐酸2ml、三氯甲烷15ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取甘草次酸对照品，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30～60℃）-甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸（10∶20∶7∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（41∶59）为流动相；检测波长为280nm。理论板数按牛蒡苷峰计算应不低于1500。

对照品溶液的制备 精密称取牛蒡苷对照品适量，加甲醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸，研成细粉，取约0.3g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸■或装量差异项下的小蜜丸■[增订]，剪碎，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率33kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减

失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含炒牛蒡子以牛蒡苷($C_{27}H_{34}O_{11}$)计，水蜜丸每1g不得少于3.0mg，■小蜜丸每1g不得少于2.1mg，■[增订]大蜜丸每丸不得少于6.4mg。

【功能与主治】 清热解毒，凉血消肿。用于血热毒盛，小儿疮疖，痱毒，咽喉肿痛，口舌生疮，牙龈出血，痄腮。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次2g，■小蜜丸一次3g(15丸)，■[增订]大蜜丸一次1丸，一日2～3次。

【规格】 (1)水蜜丸 每100粒重10g ■(2)小蜜丸 每100丸重20g■[增订] (3)大蜜丸 每丸重3g

【贮藏】 密封。

中风回春片

Zhongfeng Huichun Pian

【处方】

酒当归 30g	川芎(酒制)30g
红花 10g	桃仁 30g
丹参 100g	鸡血藤 100g
忍冬藤 100g	络石藤 60g
地龙(炒)90g	土鳖虫(炒)30g
伸筋草 60g	川牛膝 100g
蜈蚣 5g	炒茺蔚子 30g
全蝎 10g	威灵仙(酒制)30g
炒僵蚕 30g	木瓜 50g
金钱白花蛇 6g	

【制法】 以上十九味，酒当归、川芎、地龙、土鳖虫、蜈蚣、金钱白花蛇、全蝎、炒僵蚕、丹参各半量，粉碎成细粉，过筛，剩余量与其余红花等十味，加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1.5小时，滤过，合并滤液，滤液静置24小时，取上清液，浓缩至相对密度为1.20～1.30(80℃)的稠膏，加入细粉，混匀，制成颗粒，干燥，压制成1000片，包糖衣■或薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订]，除去包衣后显棕褐色；味苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：肌纤维无色至淡棕色，微波状弯曲，有时呈垂直交错排列(地龙)。体壁碎片无色，表面有极细的菌丝体(炒僵蚕)。体壁碎片黄色或棕红色，有圆形毛窝，直径8～24μm，可见长短不一的刚毛(土鳖虫)。体壁碎片淡黄色或黄色，有网状纹理及圆形毛窝，有时可见棕褐色刚毛(全蝎)。

(2)取本品10片，除去包衣，研细，加乙酸乙酯25ml，加热回流30分钟，滤过，滤液浓缩至约1ml，作为供试品溶液。另取忍冬藤对照药材2g，加乙酸乙酯20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(8：2：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

(3)取本品10片，除去包衣，研细，加70%乙醇50ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸去乙醇，加热水15ml使溶解，用稀盐酸调节pH值至2，用乙醚振摇提取3次，每次15ml，合并乙醚液，蒸干，残渣加乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹参对照药材2g，加70%乙醇溶液30ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(5：2：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

(4)取本品20片，除去包衣，研细，加浓氨试液2ml、乙醇50ml，摇匀，静置30分钟，超声处理15分钟，滤过，滤液浓缩至约1ml，作为供试品溶液。另取川芎、当归对照药材各0.5g，各加浓氨试液2ml、乙醇25ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(5：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-1%醋酸溶液(5：95)为流动相；检测波长为280nm。理论板数按丹参素峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取丹参素钠对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含丹参素钠40μg的溶液(相当于每1ml含丹参素36μg)，即得。

供试品溶液的制备 取本品10片，除去包衣，精密称定，研细，取约0.3g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理30分钟(功率300W，频率40kHz)，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含丹参按丹参素($C_9H_{10}O_5$)计，不得少于0.45mg。

【功能与主治】 活血化瘀，舒筋通络。用于痰瘀阻络所致的中风，症见半身不遂、肢体麻木、言语謇涩、口舌歪斜。

【用法与用量】 口服。一次4～6片，一日3次；或遵医嘱。

【注意】 脑出血急性期患者忌服。

【规格】 ■(1)薄膜衣片 每片重0.3g■[增订] (2)糖衣片(片心重0.3g)

【贮藏】 密封。

中华跌打丸

Zhonghua Dieda Wan

【处方】 牛白藤 76.8g　假蒟 76.8g
地耳草 76.8g　牛尾菜 76.8g
鹅不食草 76.8g　牛膝 76.8g
乌药 76.8g　红杜仲 76.8g
鬼画符 76.8g　山桔叶 76.8g
羊耳菊 76.8g　刘寄奴 76.8g
过岗龙 76.8g　山香 76.8g
穿破石 76.8g　毛两面针 76.8g
鸡血藤 76.8g　丢了棒 76.8g
岗梅 76.8g　木鳖子 76.8g
丁茄根 76.8g　大半边莲 76.8g
独活 76.8g　苍术 76.8g
急性子 76.8g　建栀 76.8g
制川乌 38.4g　丁香 38.4g
香附 153.6g　黑老虎根 153.6g
桂枝 15.36g　樟脑 3.84g

【制法】 以上三十二味，除樟脑研成细粉外，其余牛白藤等三十一味粉碎成细粉，过筛，与上述樟脑粉末混匀。每100g粉末用炼蜜25～45g加适量的水泛丸，用10%明胶溶液浸润后，加黑色氧化铁适量，包衣，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜140～170g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为棕褐色至黑褐色的水蜜丸■、小蜜丸■[增订]或大蜜丸；味甜，微辛辣。

【鉴别】 (1)取本品水蜜丸7g，研碎；或■取小蜜丸或■[增订]大蜜丸18g，剪碎，照挥发油测定法(附录Ⅹ D)测定，自测定器上端加入乙酸乙酯2ml，连接冷凝管，缓缓加热至沸，并保持约1小时，放冷，分取乙酸乙酯液，作为供试品溶液。另取丁香酚对照品，加乙醚制成每1ml含16μl的溶液，作为对照品溶液。再取独活对照药材0.2g，加丙酮2ml，浸渍过夜，取上清液，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(8.5∶1.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以20%高氯酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取苍术对照药材0.2g，加丙酮2ml，浸渍过夜，取上清液，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取对照药材溶液及〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液各3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(4∶0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的一个污绿色主斑点。

(3)取α-香附酮对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取对照品溶液及〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液各6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-苯-乙酸乙酯(10∶1∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以二硝基苯肼试液，放置片刻。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的橙红色斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(13∶87)为流动相；检测波长为238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取栀子苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含80μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸，研细，取约2g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸■或小蜜丸■[增订]，剪碎，取约3g，精密称定，精密加入甲醇25ml，称定重量，置水浴上加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含建栀以栀子苷($C_{17}H_{24}O_{10}$)计，水蜜丸每1g不得少于0.70mg；■小蜜丸每1g不得少于0.35mg；■[增订]大蜜丸每丸不得少于2.1mg。

【功能与主治】 消肿止痛，舒筋活络，止血生肌，活血祛瘀。用于挫伤筋骨，新旧瘀痛，创伤出血，风湿瘀痛。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次3g，■小蜜丸一次6g，■[增订]大蜜丸一次1丸，一日2次。小孩及体虚者减半。

【注意】 孕妇忌服；皮肤破伤出血者不可外敷。

【规格】 (1)水蜜丸　每66丸重3g　(2)■小蜜丸　每20丸重6g　(3)小蜜丸　每30丸重6g■[增订]　(4)大蜜丸　每丸重6g

【贮藏】 密封。

牛黄上清丸

Niuhuang Shangqing Wan

【处方】 人工牛黄 2g　薄荷 30g
菊花 40g　荆芥穗 16g
白芷 16g　川芎 16g
栀子 50g　黄连 16g

黄柏 10g　　黄芩 50g
大黄 80g　　连翘 50g
赤芍 16g　　当归 50g
地黄 64g　　桔梗 16g
甘草 10g　　石膏 80g
冰片 10g

【制法】 以上十九味，除人工牛黄、冰片外，其余薄荷等十七味粉碎成细粉；将冰片研细，与人工牛黄及上述粉末配研，过筛，混匀。每 100g 粉末加炼蜜 120～130g 制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；或用 4% 炼蜜和水泛丸，制成水丸，即得。

【性状】 本品为红褐色至黑褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸或棕黄色至深棕色的水丸；气芳香，味苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：纤维束鲜黄色，壁稍厚，纹孔明显(黄连)。韧皮纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细(黄芩)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(甘草)。内果皮纤维上下层纵横交错，纤维短梭形(连翘)。石细胞鲜黄色，分枝状，壁厚，层纹明显(黄柏)。种皮石细胞黄色或淡棕色，多破碎，完整者长多角形、长方形或形状不规则，壁厚，有大的圆形纹孔，胞腔棕红色(栀子)。薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物(地黄)。草酸钙簇晶大，直径 60～140μm(大黄)。花粉粒类圆形，直径 24～34μm，外壁有刺，长 3～5μm，具 3 个萌发孔(菊花)。腺鳞头部 8 细胞，扁球形，直径约 90μm，柄短，单细胞(薄荷)。不规则片状结晶无色，有平直纹理(石膏)。

(2)取本品■小蜜丸或■[增订]大蜜丸 3g，剪碎，或取水丸 2g，研碎，加甲醇 50ml，超声处理 20 分钟，滤过，取滤液 5ml(剩余的滤液备用)，蒸干，残渣加水 10ml 使溶解，加盐酸 1ml，置水浴上加热回流 30 分钟，立即冷却，用乙醚 20ml 分 2 次振摇提取，合并乙醚液，蒸干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.1g，加甲醇 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2μl，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶 H 薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的橙色荧光斑点；置氨蒸气中熏后，在日光下检视，斑点变为红色。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的备用滤液，作为供试品溶液。另取黄连对照药材 0.1g，加甲醇 10ml，同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液 3～5μl 及上述对照药材溶液和对照品溶液 1～2μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以苯-异丙醇-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(12：3：6：3：1)为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同的黄色荧光斑点。

(4)取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸 12g，剪碎，或取本品水丸 1g，研碎，加乙醚 30ml，加热回流 30 分钟，滤过，滤液挥干乙醚，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材 0.1g，加乙醚 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2～10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸(40：60：0.2)为流动相；检测波长为 280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于 2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 60μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，■小蜜丸或■[增订]大蜜丸剪碎，混匀，取约 1g，精密称定，精密加入稀乙醇 50ml；或取水丸适量，研细，取约 1g，精密称定，精密加入稀乙醇 100ml，称定重量，超声处理 30 分钟，加热回流 3 小时，放冷，称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，静置，取上清液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，■小蜜丸每 1g 不得少于 2.5mg，■[增订]大蜜丸每丸不得少于 15mg；水丸每 1g 不得少于 3.5mg。

【功能与主治】 清热泻火，散风止痛。用于热毒内盛、风火上攻所致的头痛眩晕、目赤耳鸣、咽喉肿痛、口舌生疮、牙龈肿痛、大便燥结。

【用法与用量】 口服。水丸一次 3g；■小蜜丸一次 6g(30 丸)；■[增订]大蜜丸一次 1 丸，一日 2 次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 (1)水丸　每 16 粒重 3g　■(2)小蜜丸　每 100 丸重 20g■[增订]　(3)大蜜丸　每丸重 6g

【贮藏】 密封。

牛黄降压片

Niuhuang Jiangya Pian

【处方】 羚羊角　　珍珠
水牛角浓缩粉　　人工牛黄
冰片　　白芍

党参	黄芪
决明子	川芎
黄芩提取物	甘松
薄荷	郁金

【制法】 以上十四味，除人工牛黄、冰片、水牛角浓缩粉、黄芩提取物外，珍珠水飞或粉碎成极细粉，羚羊角锉研成细粉；决明子用70%乙醇回流提取二次，第一次2小时，第二次1小时，滤过，合并滤液，残渣备用，滤液浓缩至稠膏状，减压干燥得干膏；川芎、甘松、郁金、薄荷提取挥发油，蒸馏后的水溶液浓缩至相对密度为1.02～1.10(60℃)的清膏，加入乙醇使含醇量达65%，充分搅拌均匀，静置24小时，滤过，滤液浓缩至稠膏状，减压干燥得干膏；黄芪、白芍用70%乙醇回流提取二次，第一次1.5小时，第二次1小时，滤过，合并滤液，滤液浓缩至稠膏状，减压干燥得干膏；党参加水煎煮二次，第一次2小时，第二次与决明子醇提后的残渣合并，煎煮1小时，滤过，合并煎液，浓缩至稠膏状，减压干燥得干膏；取上述干膏粉碎，合并，加入除冰片外的水牛角浓缩粉等细粉及淀粉、微晶纤维素等辅料制成颗粒，干燥，备用，取上述细粉，加入冰片及川芎等挥发油，混匀，再与颗粒混匀，密闭30分钟后加入硬脂酸镁适量，混匀，压制成1000片，包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显棕黄色至棕色；气微香，味微苦、有清凉感。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：不规则碎块无色或淡绿色，半透明，具光泽，有时可见细密波状纹理(珍珠)。

(2)取本品4片，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取胆酸、猪去氧胆酸对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2～4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以异辛烷-正丁醚-冰醋酸(8：5：5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品12片，研细，加甲醇40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，用水饱和的正丁醇提取3次，每次20ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次，每次20ml，弃去氨试液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照品溶液4μl，条带点样，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品8片，研细，加甲醇10ml，浸渍1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，再加盐酸1ml，加热回流30分钟，用乙醚振摇洗涤2次，每次20ml，合并乙醚液，挥干溶剂，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄素对照品、大黄酚对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照品溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 **白芍**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(15：85)为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取芍药苷对照品适量，精密称定，用稀乙醇制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加水50ml，超声处理(功率50W，频率40kHz)45分钟，离心(转速为每分钟3000转)5分钟，精密吸取上清液10ml，通过聚酰胺柱(80～100目，3g，柱内径为15mm，干法装柱)，用水洗脱，收集洗脱液60ml，蒸干，残渣加稀乙醇使溶解，转移至10ml量瓶中，稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计，不得少于0.70mg。

黄芩提取物　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸(47：53：0.2)为流动相；检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取黄芩苷对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含60μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取重量差异项下的本品，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇100ml，称定重量，超声处理(功率50W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，加70%乙醇至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含黄芩提取物以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，不得少于46.0mg。

冰片　照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件及系统适用性试验　以聚乙二醇 20 000(PEG-20M)为固定相的毛细管柱(柱长为 30m,内径为 0.53mm,膜厚度为 1μm);柱温为 150℃;进样口温度为 200℃,检测器温度为 250℃。理论板数按龙脑峰计算应不低于 15 000。

校正因子测定　取水杨酸甲酯适量,精密称定,加乙酸乙酯制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液,作为内标溶液。另取龙脑对照品,精密称定,加乙酸乙酯制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,吸取 1μl,注入气相色谱仪,计算校正因子。

测定法　取重量差异项下的本品,研细,取约 0.3g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入乙酸乙酯 25ml,称定重量,超声处理(功率 200W,频率 40kHz)20 分钟,放冷,再称定重量,用乙酸乙酯补足减失的重量,离心 5～10 分钟(转速为每分钟 3000 转),精密量取上清液 2ml,置 10ml 量瓶中,精密加入内标溶液 2ml,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,吸取 1μl,注入气相色谱仪,测定,即得。

本品每片含冰片以龙脑($C_{10}H_{18}O$)计,不得少于 9.4mg。

【功能与主治】　清心化痰,平肝安神。用于心肝火旺、痰热壅盛所致的头晕目眩、头痛失眠、烦躁不安;高血压病见上述证候者。

【用法与用量】　口服。一次■2■[修订]片,一日 1 次。

【注意】　腹泻者忌服。

【规格】　每片重■0.27g■[修订]

【贮藏】　密封。

六味地黄颗粒

Liuwei Dihuang Keli

【处方】　熟地黄 320g　　酒萸肉 160g

牡丹皮 120g　　山药 160g

茯苓 120g　　泽泻 120g

【制法】　以上六味,熟地黄、茯苓、泽泻加水煎煮二次,每次 2 小时,煎液滤过,滤液浓缩至相对密度 1.32～1.35(80℃)的稠膏,备用;酒萸肉、山药、牡丹皮粉碎成细粉,与浓缩液混合,加糊精适量和甜蜜素■乙醇■[删除]溶液适量,并加 75%乙醇适量,制粒,干燥,制成颗粒 1000g,即得。

【性状】　本品为棕褐色的颗粒;味微甜、酸、微苦,有特异香气。

【鉴别】　(1)取本品 5g,加水 150ml,搅拌使溶解,离心,取沉积物置显微镜下观察:果皮表皮细胞橙黄色,表面观类多角形,垂周壁连珠状增厚(酒萸肉)。草酸钙簇晶存在于无色薄壁细胞中,有时数个排列成行(牡丹皮)。草酸钙针晶束存在于黏液细胞中,长 80～240μm,针晶直径 2～5μm(山药)。

(2)取本品 5g,研细,加乙醚 40ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液挥干,残渣加丙酮 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品,加丙酮制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(3∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以盐酸酸性 5%三氯化铁乙醇溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品 10g,研细,加乙醚 50ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液挥干,残渣加正己烷 0.5ml 使溶解,作为供试品溶液。另取茯苓对照药材 2g,加乙醚 30ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液挥干,残渣加正己烷 1ml 使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液 20μl、对照药材溶液 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙醚(3∶2)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品 10g,研细,加水 100ml,温热使充分溶散,加热至沸,放冷,离心,取上清液用乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 30ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取熟地黄对照药材 4g,加水 60ml,煎煮 30 分钟,用脱脂棉滤过,滤液用乙酸乙酯振摇提取 2 次,每次 20ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇 1ml 使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 5μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以二甲苯-乙酸乙酯(1∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以 2,4-二硝基苯肼乙醇试液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】　**酒萸肉**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(15∶85)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 236nm。理论板数按马钱苷峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备　取马钱苷对照品适量,精密称定,加 50%甲醇制成每 1ml 含 20μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物适量,研细,取约 1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入 50%甲醇 50ml,密塞,称定重量,加热回流 1 小时,放冷,再称定重量,用 50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过。精密量取续滤液 10ml,加在中性氧化铝柱(100～200 目,4g,内径为 1cm)上,用 40%甲醇 50ml 洗脱,收集流出液及洗脱液,蒸干,残渣加 50%甲醇适量使溶解,并转移至 10ml 量瓶中,用 50%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含酒萸肉以马钱苷($C_{17}H_{26}O_{10}$)计,不得少于

4.8mg。

牡丹皮　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(70∶30)为流动相;检测波长为274nm。理论板数按丹皮酚峰计算应不低于3500。

对照品溶液的制备　取丹皮酚对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含20μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物适量,研细,取约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇50ml,称定重量,超声处理(功率250W,频率33kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每袋含牡丹皮以丹皮酚($C_9H_{10}O_3$)计,不得少于7.2 mg。

【功能与主治】　滋阴补肾。用于肾阴亏损,头晕耳鸣,腰膝酸软,骨蒸潮热,盗汗遗精,消渴。

【用法与用量】　开水冲服。一次5g,一日2次。

【规格】　每袋装5g

【贮藏】　密封,置干燥处。

心血宁片

Xinxuening Pian

【处方】　葛根提取物150g　山楂提取物25g

【制法】　以上二味,加淀粉适量,混匀,制成颗粒,干燥,压制成1000片,包糖衣或薄膜衣,即得。

【性状】　本品为糖衣片或薄膜衣片,■糖衣片■[删除]除去包衣后显棕褐色至黑棕色;味苦、微涩。

【鉴别】　取本品2片,糖衣片除去包衣,研细,加甲醇10ml,超声处理10分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,静置,取上清液作为供试品溶液。另取葛根素对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各1～2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(7∶2.5∶0.25)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸(23∶77∶0.5)为流动相;检测波长为250nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取葛根素对照品适量,精密称定,加30%乙醇制成每1ml含80μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品10片,糖衣片除去包衣,精密称定,研细,取约50mg,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入30%乙醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率33kHz)20分钟,放冷,再称定重量,用30%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含葛根以葛根素($C_{21}H_{20}O_9$)计,不得少于13.5mg。

【功能与主治】　活血化瘀,通络止痛。用于瘀血阻络引起的胸痹,心痛,眩晕;冠心病心绞痛,高血压,高脂血症等见上述证候者。

【用法与用量】　口服。一次4片,一日3次,或遵医嘱。

【规格】　(1)糖衣片(片心重0.2g)　(2)薄膜衣片　每片重0.21g

【贮藏】　密封。

附1:葛根提取物标准

葛根提取物

本品为葛根经加工制成的提取物。

〔制法〕　取葛根,用80%～90%乙醇加热回流提取三次,第一、二次各4小时,第三次3小时,滤过,滤液合并,回收乙醇并浓缩至相对密度为1.30～1.33(60℃)的稠膏,干燥,即得。

〔性状〕　本品为浅棕黄色至深褐色的块状物;气微,味微苦、涩。

〔鉴别〕　取本品粉末0.4g,研细,加甲醇10ml,超声处理10分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取葛根素对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(7∶2.5∶0.25)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

〔检查〕　水分　不得过6.0%(附录Ⅸ H第一法)。

〔含量测定〕　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸(25∶75∶0.5)为流动相;检测波长为250nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取葛根素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含60μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品,研细,取约50mg,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入30%乙醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率33kHz)20分钟,放冷,再称定重量,用30%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,

即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品按干燥品计算，含葛根素（$C_{21}H_{20}O_9$）不得少于10.0%。

〔贮藏〕　密封，置干燥处。

附2：山楂提取物标准

山楂提取物

本品为山楂经加工制成的提取物。

〔制法〕　取山楂，加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度为1.20～1.22（80℃）的清膏，加入清膏量20%的盐酸，边加边搅拌，升温至90℃，保温2小时，静置，吸出上清液，沉淀物用水洗至无明显的酸性，过滤至干，取出沉淀物干燥，即得。

〔性状〕　本品为浅棕黄色至棕褐色的块状物；气微，味酸、微苦。

〔鉴别〕　取本品1g，研细，加三氯甲烷30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取齐墩果酸对照品，加三氯甲烷制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（40：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

〔检查〕　水分　不得过9.0%（附录Ⅸ H第一法）。

〔含量测定〕　对照品溶液的制备　取芦丁对照品10mg，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇适量，置水浴上微热使溶解，放冷，加甲醇至刻度，摇匀。即得（每1ml含芦丁0.2mg）。

标准曲线的制备　精密量取对照品溶液1ml、2ml、3ml、4ml、5ml与6ml，分别置25ml量瓶中，各加水至6ml，加5%亚硝酸钠溶液1ml，混匀，放置6分钟，加10%硝酸铝溶液1ml，摇匀，放置6分钟，加氢氧化钠试液10ml，再加水至刻度，摇匀，放置15分钟，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅴ A），在500nm波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

测定法　取本品，研细，取1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率33kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液2ml，置25ml量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自"加水至6ml"起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中芦丁的重量（μg），计算，即得。

本品按干燥品计算，含总黄酮以芦丁（$C_{27}H_{30}O_{16}$）计，不得少于1.0%。

〔贮藏〕　密封，置干燥处。

双黄连口服液

Shuanghuanglian Koufuye

【处方】　金银花375g　　黄芩375g

连翘750g

【制法】　以上三味，黄芩加水煎煮三次，第一次2小时，第二、三次各1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩并在80℃时加入2mol/L盐酸溶液适量调节pH值至1.0～2.0，保温1小时，静置12小时，滤过，沉淀加6～8倍量水，用40%氢氧化钠溶液调节pH值至7.0，再加等量乙醇，搅拌使溶解，滤过，滤液用2mol/L盐酸溶液调节pH值至2.0，60℃保温30分钟，静置12小时，滤过，沉淀用乙醇洗至pH值为7.0，回收乙醇备用；金银花、连翘加水温浸30分钟后，煎煮二次，每次1.5小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.20～1.25（70～80℃）的清膏，冷至40℃时缓缓加入乙醇，使含醇量达75%，充分搅拌，静置12小时，滤取上清液，残渣加75%乙醇适量，搅匀，静置12小时，滤过，合并乙醇液，回收乙醇至无醇味，加入上述黄芩提取物，并加水适量，以40%氢氧化钠溶液调节pH值至7.0，搅匀，冷藏（4～8℃）72小时，滤过，滤液加入蔗糖300g，搅拌使溶解，或再加入香精适量，调节pH值至7.0，加水制成1000ml■〔规格（1）、规格（2）〕或500ml〔规格（3）〕■[增订]，搅匀静置12小时，滤过，灌装，灭菌，即得。

【性状】　本品为棕红色的澄清液体；味甜，微苦■，〔规格（1）、规格（2）〕；或为深棕色的澄清液体；味苦、微甜〔规格（3）〕■[增订]。

【鉴别】　（1）取本品1ml，加75%乙醇5ml，摇匀，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品、绿原酸对照品，分别加75%乙醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各1～2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以醋酸为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与黄芩苷对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；在与绿原酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（2）取本品1ml■〔规格（1）、规格（2）〕或0.5ml〔规格（3）〕■[增订]，加甲醇5ml，振摇使溶解，静置，取上清液，作为供试品溶液。另取连翘对照药材0.5g，加甲醇10ml，加热回流20分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇（5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】　**相对密度**　应不低于1.12（附录Ⅶ A）■〔规格（1）、规格（2）〕或不低于1.15〔规格（3）〕■[增订]。

pH 值 应为5.0～7.0(附录Ⅶ G)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 黄芩 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸(50∶50∶1)为流动相;检测波长为274nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于1500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品1ml,置50ml量瓶中,加50%甲醇适量,超声处理20分钟,放置至室温,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计,不得少于10.0mg■〔规格(1)、规格(2)〕或20.0mg〔规格(3)〕■[增订]。

金银花 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸(20∶80∶1)为流动相;检测波长为324nm。理论板数按绿原酸峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加水制成每1ml含40μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品2ml,置50ml棕色量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液10～20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含金银花以绿原酸($C_{16}H_{18}O_9$)计,不得少于0.60mg■〔规格(1)、规格(2)〕或1.20mg〔规格(3)〕■[增订]。

连翘 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(25∶75)为流动相;检测波长为278nm。理论板数按连翘苷峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取连翘苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含60μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品1ml,加在中性氧化铝柱(100～120目,6g,内径为1cm)上,用70%乙醇40ml洗脱,收集洗脱液,浓缩至干,残渣加50%甲醇适量,温热使溶解,转移至5ml量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含连翘以连翘苷($C_{27}H_{34}O_{11}$)计,不得少于0.30mg■〔规格(1)、规格(2)〕或0.60mg〔规格(3)〕■[增订]。

【功能与主治】 疏风解表,清热解毒。用于外感风热所致的感冒,症见发热、咳嗽、咽痛。

【用法与用量】 口服。一次20ml■〔规格(1)、规格(2)〕或10ml〔规格(3)〕■[增订],一日3次;小儿酌减或遵医嘱。

【规格】 每支装 (1)10ml■(每1ml相当于饮片1.5g)■[增订] (2)20ml■(每1ml相当于饮片1.5g)■[增订] ■(3)10ml(每1ml相当于饮片3.0g)■[增订]

【贮藏】 密封,避光,置阴凉处。

玉屏风胶囊

Yupingfeng Jiaonang

【处方】 黄芪 3000g　防风 1000g
炒白术 1000g

【制法】 以上三味,防风提取挥发油,蒸馏后的水溶液另器收集;药渣与其余二味加水煎煮二次,第一次1.5小时,第二次1小时,合并煎液和另器收集的水溶液,滤过,滤液浓缩至相对密度为1.02～1.05(75℃),加等体积的乙醇,搅拌,静置,取上清液,减压回收乙醇,浓缩至相对密度为1.07～1.10(80℃)的清膏,喷雾干燥,加入防风挥发油,密闭2小时,制粒,装入胶囊,制成1000粒,即得。

【性状】 本品为胶囊剂,内容物为黄棕色的颗粒和粉末;味苦、微甜。

【鉴别】 (1)照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取〔含量测定〕项下供试品溶液及对照品溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(17∶7∶2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点;紫外光灯(365nm)下检视,显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品内容物5g,研细,加三氯甲烷20ml,边振摇边滴加氨试液1ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取防风对照药材0.5g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液15μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品内容物5g,研细,加热水30ml,振摇使溶解,放冷,加乙醚30ml,振摇提取,乙醚液蒸干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取白术对照药材0.5g,加水100ml,加热回流30分钟,滤过,滤液浓缩至约30ml,放冷,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液15μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(10∶3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(35∶65)为流动相;蒸发光散射检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含0.4mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物,研细,取1g,精密称定,加水20ml微热使溶解,用水饱和的正丁醇提取4次,每次25ml,合并正丁醇提取液,用氨试液洗涤3次,每次20ml,洗液弃去,再用水20ml洗涤一次,分取正丁醇层,蒸干,残渣加甲醇溶解并转移至5ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液5μl、20μl及供试品溶液10μl,注入液相色谱仪,测定,用外标两点法对数方程计算,即得。

本品每粒含黄芪以黄芪甲苷($C_{41}H_{68}O_{14}$)计,不得少于0.60mg。

【功能与主治】 益气,固表,止汗。用于表虚不固,自汗恶风,面色㿠白,或体虚易感风邪者。

【用法与用量】 口服。一次2粒,一日3次。

【规格】 每粒装0.5g

【贮藏】 ■密封、防潮,在阴凉处保存。■[订正]

石斛夜光丸

Shihu Yeguang Wan

【处方】

石斛 30g	人参 120g
山药 45g	茯苓 120g
甘草 30g	肉苁蓉 30g
枸杞子 45g	菟丝子 45g
地黄 60g	熟地黄 60g
五味子 30g	天冬 120g
麦冬 60g	苦杏仁 45g
防风 30g	川芎 30g
麸炒枳壳 30g	黄连 30g
牛膝 45g	菊花 45g
盐蒺藜 30g	青葙子 30g
决明子 45g	水牛角浓缩粉 60g
■山羊角 300g■[修订]	

【制法】 以上二十五味,除水牛角浓缩粉外,■山羊角■[修订]锉研成细粉;其余石斛等二十三味粉碎成细粉;将水牛角浓缩粉与上述粉末配研,过筛,混匀。每100g粉末用炼蜜35～50g加适量的水泛丸,干燥,制成水蜜丸;或加炼蜜■95～120g■[修订]制成小蜜丸或大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕色的水蜜丸、棕黑色的小蜜丸或大蜜丸;味甜而苦。

【鉴别】 (1)■取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛试液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4～6μm(茯苓)。纤维表面类圆形细胞中含细小圆形硅质块,排列成行(石斛)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草)。纤维束鲜黄色,壁稍厚,纹孔明显(黄连)。种皮石细胞淡黄色,壁波状弯曲,有时内含棕色物(枸杞子)。种皮表皮石细胞淡黄棕色,表面观类多角形,壁较厚,孔沟细密,胞腔含暗棕色物(五味子)。石细胞长方形或长条形,直径50～110μm,纹孔较细密(天冬)。石细胞橙黄色,贝壳形,壁较厚,较宽一边纹孔明显(苦杏仁)。种皮细胞暗红棕色,表面观多角形至长多角形,有网状增厚纹理(青葙子)。种皮栅状细胞一列,其下细胞中含草酸钙簇晶及方晶(决明子)。花粉粒类圆形,直径24～34μm,外壁有刺,长3～5μm,具3个萌发孔(菊花)。油管含金黄色分泌物,直径约30μm(防风)。不规则碎块撕裂状,无色或稍有光泽,表面具多数纵向裂隙(山羊角)。■[修订]

(2)取本品水蜜丸6g,研碎;或取小蜜丸或大蜜丸9g,剪碎。加甲醇50ml,置水浴上加热回流1小时,放冷,滤过,滤液作为供试品溶液。另取黄连对照药材0.4g,加甲醇20ml,置水浴上加热回流1小时,滤过,滤液作为对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液及对照品溶液各1μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(12∶6∶3∶3∶1)为展开剂,置氨蒸气饱和的展开缸内,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同的黄色荧光斑点。

(3)取川芎对照药材1g,加石油醚(60～90℃)10ml,浸泡30分钟,滤过,滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取[鉴别](2)项下的供试品溶液10μl及上述对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶■H■[修订]薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(17∶3)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

■(4)取[鉴别](2)项下的剩余供试品溶液,蒸干,残渣加水10ml使溶解,加在已处理好的聚酰胺柱(30～60目,内径为1.5cm,柱高为15cm,水湿法装柱)上,先用水洗脱至洗脱液近无色,弃去洗脱液,再用甲醇100ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取新橙皮苷对照品、柚皮苷对照品,加乙醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各1μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以丙酮-醋酸-水(4∶1∶7)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以三氯化铝试液,热风吹干,置紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑

点。■[增订]

(■5■[修订])取本品水蜜丸6g，研碎；或取小蜜丸或大蜜丸9g，剪碎。加乙醚30ml，超声处理10分钟，滤过，弃去乙醚液，残渣挥干，加水饱和的正丁醇50ml，超声处理30分钟，滤过。■滤液用氨试液洗涤2次，每次15ml，再用正丁醇饱和的水15ml洗涤，弃去洗涤液，■[修订]取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

■(5)取本品水蜜丸6g，研碎；或取小蜜丸或大蜜丸9g，剪碎。加甲醇40ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水30ml溶解，再加盐酸3ml，置水浴中加热回流1小时，放冷，用三氯甲烷振摇提取2次，每次20ml，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取麦冬对照药材和天冬对照药材各1g，同时制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮(4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。■[删除]

(6)取本品水蜜丸6g，研碎；或取小蜜丸或大蜜丸9g，剪碎。加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣用水20ml溶解，加盐酸2ml，置水浴中加热回流30分钟，立即冷却，用乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取决明子对照药材0.25g，同法制成对照药材溶液。再取大黄素■甲醚■[修订]对照品、大黄酚对照品，加甲醇制成每1ml各含■0.2■[修订]mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各■5■[修订]μl，分别点于同一硅胶■H■[修订]薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；■以乙腈-磷酸二氢钾溶液[乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(每100ml中加十二烷基硫酸钠0.4g(25：75)，再以磷酸调节pH值为4.0](30：70)为流动相；■[修订]检测波长为265nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加■盐酸-甲醇(1：100)■[修订]制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品水蜜丸，研碎，取1.5g，精密称定；或取小蜜丸，剪碎，取2.5g，精密称定；或取重量差异项下的大蜜丸，剪碎，取2.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入盐酸-甲醇(1：100)的混合溶液25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率300W，频率40kHz)45分钟，放冷，再称定重量，用上述混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含黄连以盐酸小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$)计，水蜜丸每1g不得少于■0.41■[修订]mg；小蜜丸每1g不得少于■0.27■[修订]mg；大蜜丸每丸不得少于■1.5■[修订]mg。

【功能与主治】 滋阴补肾，清肝明目。用于肝肾两亏，阴虚火旺，内障目暗，视物昏花。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次■7.3■[修订]g，小蜜丸一次■11■[修订]g，大蜜丸一次■2■[修订]丸，一日2次。

【规格】 大蜜丸　每丸重■5.5■[修订]g

【贮藏】 密封。

龙胆泻肝丸

Longdan Xiegan Wan

【处方】 同龙胆泻肝丸(水丸)

【制法】 以上十味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末加炼蜜160～170g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黄褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；味苦、微甜。

【鉴别】 同龙胆泻肝丸(水丸)〔鉴别〕(1)。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【功能与主治】 清肝胆，利湿热。用于肝胆湿热，头晕目赤，耳鸣耳聋，耳肿疼痛，胁痛口苦，尿赤涩痛，湿热带下。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次6～12g(30～60丸)，大蜜丸■[增订]一次1～2丸，一日2次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 ■(1)小蜜丸每100丸重20g　(2)大蜜丸■[增订]每丸重6g

【贮藏】 密封。

再造生血片

Zaizao Shengxue Pian

【处方】 菟丝子(酒制)　　红参

鸡血藤	阿胶
当归	女贞子
黄芪	益母草
熟地黄	白芍
制何首乌	淫羊藿
黄精(酒制)	鹿茸(去毛)
党参	麦冬
仙鹤草	白术(炒)
补骨脂(盐制)	枸杞子
墨旱莲	

【制法】 以上二十一味，益母草、墨旱莲、仙鹤草、鸡血藤、菟丝子、黄精、熟地黄、女贞子、麦冬、黄芪、淫羊藿酌予碎断，加水煎煮三次，第一次3小时，第二次2小时，第三次1小时，滤过，合并滤液，浓缩至稠膏。取红参、鹿茸、当归、何首乌、党参、枸杞子、补骨脂、阿胶、白芍、白术粉碎成细粉，过筛。将稠膏与红参等药粉混合，干燥，粉碎，过筛，制成颗粒，干燥，加入辅料适量，制成1000片，包糖衣■或薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订]，除去■包■[增订]衣后显棕黄色至棕褐色；气微，味微苦、涩。

【鉴别】 (1)取本品40片，除去■包■[增订]衣，研细，加三氯甲烷80ml，超声处理30分钟，滤过，滤渣备用，滤液挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材1g，加三氯甲烷30ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取补骨脂对照药材1g，加三氯甲烷30ml，超声处理30分钟，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。再取补骨脂素对照品、异补骨脂素对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液与上述对照药材溶液各2μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%氢氧化钾甲醇溶液，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品50片，除去■包■[增订]衣，研细，加乙醚80ml，超声处理15分钟，弃去乙醚液，药渣挥干，加甲醇80ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水50ml使溶解，滤过，滤液用乙酸乙酯提取2次，每次40ml，弃去乙酸乙酯液，再用水饱和的正丁醇提取2次，每次35ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水50ml洗涤，正丁醇层蒸干，残渣加水10ml使溶解，通过D101型大孔吸附树脂柱(直径为1.5cm，柱长为13cm，湿法装柱)，先用氨试液5ml洗脱，继用水(约200ml)洗脱至无色，再用稀乙醇100ml洗脱，收集醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：10：0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.125%磷酸溶液(30：70)为流动相；检测波长为247nm。理论板数按补骨脂素峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取补骨脂素对照品、异补骨脂素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml各含16μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率25kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液1ml，置10ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含补骨脂以补骨脂素($C_{11}H_6O_3$)和异补骨脂素($C_{11}H_6O_3$)的总量计，不得少于0.17mg。

【功能与主治】 补肝益肾，补气养血。用于肝肾不足、气血两虚所致的血虚虚劳，症见心悸气短、头晕目眩、倦怠乏力、腰膝酸软、面色苍白、唇甲色淡、或伴出血；再生障碍性贫血、缺铁性贫血见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次5片，一日3次。

■**【规格】** 薄膜衣片　每片重0.38g■[增订]

【贮藏】 密封。

西瓜霜润喉片

Xiguashuang Runhou Pian

【处方】 西瓜霜　冰片

薄荷素油　薄荷脑

【制法】 以上四味，西瓜霜粉碎成细粉，加入蔗糖粉、糊精，取枸橼酸及胭脂红适量；■或西瓜霜粉碎成细粉加入异麦芽酮糖醇混匀，取枸橼酸、阿司帕坦及胭脂红适量■[增订]，加水使溶解，与上述粉末混匀，制成颗粒，干燥，加入薄荷素油、薄

荷脑、冰片及橘子香精适量，混匀，密闭，压制成片，即得。

【性状】 本品为浅红色■或浅橙红色(无蔗糖)■[增订]的片；气芳香，味甜而辛凉。

【鉴别】 取薄荷脑对照品、冰片对照品，加无水乙醇制成每1ml含薄荷脑0.6mg和冰片0.3mg的混合溶液，作为对照品溶液。吸取上述对照品溶液及〔含量测定〕冰片项下的供试品溶液各1μl，照〔含量测定〕冰片项下的方法试验，供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【含量测定】 **西瓜霜** 取本品60片，精密称定，研细，取约18g，精密称定，加水150ml，振摇10分钟，离心，滤过，沉淀物用水50ml分3次洗涤，离心，滤过，合并滤液，加盐酸1ml，煮沸，不断搅拌，并缓缓加入热氯化钡试液使沉淀完全，置水浴上加热30分钟，静置1小时，用无灰滤纸或已炽灼至恒重的古氏坩埚滤过，沉淀用水分次洗涤，至洗液不再显氯化物的反应，干燥，并炽灼至恒重，精密称定，与0.6086相乘，计算，即得。

本品每片含西瓜霜以硫酸钠(Na_2SO_4)计，■规格(1)，规格(2)应为11.5～13.5mg，规格(3)■[增订]应为23～27mg。

冰片 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 改性聚乙二醇20000(PEG-20M)毛细管柱(柱长为30m，柱内径为0.53mm，膜厚度为1.2μm)；柱温135℃。理论板数按龙脑峰计算应不低于8000。

校正因子测定 取水杨酸甲酯适量，加无水乙醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为内标溶液。取龙脑对照品约15mg，精密称定，置100ml量瓶中，加入内标溶液溶解并稀释至刻度，摇匀。吸取1μl，注入气相色谱仪，计算校正因子。

测定法 取重量差异项下的本品，研细，取约1.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入内标溶液5ml，摇匀，称定重量，超声处理(功率250W，频率50kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用无水乙醇补足减失的重量，摇匀，离心，吸取上清液1μl，注入气相色谱仪，测定，即得。

本品每片含冰片以龙脑($C_{10}H_{18}O$)计，■规格(1)，规格(2)不得少于0.18mg，规格(3)■[增订]不得少于0.36mg。

【功能与主治】 清音利咽，消肿止痛。用于防治咽喉肿痛，声音嘶哑，喉痹，喉痈，喉蛾，口糜，口舌生疮，牙痛；急、慢性咽喉炎，急性扁桃体炎，口腔溃疡，口腔炎，牙龈肿痛。

【用法与用量】 含服。■规格(1)、(2)：每小时含化小片2～4片；规格(3)：每小时含化■[增订]1～2片。

【规格】 ■(1)每片重0.6g (2)每片重0.6g(无蔗糖) (3)每片重1.2g■[增订]

【贮藏】 密封，避光。

百合固金丸

Baihe Gujin Wan

【处方】

百合 100g	地黄 200g
熟地黄 300g	麦冬 150g
玄参 80g	川贝母 100g
当归 100g	白芍 100g
桔梗 80g	甘草 100g

【制法】 以上十味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末用炼蜜20～30g加适量的水泛丸，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜70～90g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黑褐色的水蜜丸■、小蜜丸■[增订]或大蜜丸；味微甜。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：联结乳管直径14～25μm，含淡黄色颗粒状物(桔梗)。石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，层纹明显，直径约至94μm(玄参)。草酸钙簇晶直径18～32μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行，或一个细胞中含有数个簇晶(白芍)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(甘草)。薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物(地黄、熟地黄)。

(2)取本品水蜜丸6g，研细；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸9g，剪碎，加少量温水软化，加硅藻土9g，研匀，置干燥器中放置过夜。加正己烷40ml，超声处理30分钟，滤过，药渣备用，滤液挥干，残渣加正己烷0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材1g，加正己烷20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液1μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

(3)取本品水蜜丸13g，研细，或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸18g，剪碎，加水80ml使溶散，水浴中加热2小时，放冷，离心10分钟，倾取上清液，加盐酸2ml，水浴中加热1小时，放冷，用三氯甲烷振摇提取2次，每次30ml，合并三氯甲烷液，浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取麦冬对照药材1g，加水50ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮(4∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取〔鉴别〕(2)项下的药渣，挥去正己烷，加乙醇40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水15ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次15ml，合并正丁醇液，用

正丁醇饱和的水洗涤3次，每次15ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，加少量中性氧化铝，在水浴上拌匀、干燥，加在中性氧化铝柱（200～300目，1g，内径为1～1.5cm）上，用甲醇50ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，加乙醇40ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液1μl、对照药材溶液0.5μl，分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲醇（7：3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水（11：89）为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每1ml含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸研细，取约0.8g，精密称定；或取重量差异项下的■小蜜丸、■[增订]大蜜丸，剪碎，混匀，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇25ml，密塞，称定重量，放置过夜，超声处理（功率250W，频率50kHz）40分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含白芍以芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）计，水蜜丸每1g不得少于0.54mg；■小蜜丸每1g不得少于0.39mg；■[增订]大蜜丸每丸不得少于3.5mg。

【功能与主治】 养阴润肺，化痰止咳。用于肺肾阴虚，燥咳少痰，痰中带血，咽干喉痛。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次6g，小蜜丸一次9g，大蜜丸一次1丸，一日2次。

【规格】 ■（1）小蜜丸每100丸重20g■[增订]　（2）大蜜丸每丸重9g

【贮藏】 密封。

伤痛宁片

Shangtongning Pian

【处方】

制乳香6.5g	制没药6.5g
甘松6.5g	醋延胡索13g
细辛13g	醋香附65g
山柰65g	白芷104g

【制法】 以上八味，粉碎成细粉，过筛，混匀。加入淀粉和饴糖，制成颗粒，干燥，压制成1000片■或包薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为浅棕黄色至棕黄色的片■；或为薄膜衣片，除去包衣后显浅棕黄色至棕黄色■[增订]；气特异，味辛辣、苦。

【鉴别】 （1）取本品10片，研细，加石油醚（30～60℃）30ml，超声处理10分钟，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取香附对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取α-香附酮对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含5μl的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（17：3）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（2）取本品20片，研细，加石油醚（60～90℃）50ml，超声处理15分钟，放冷，滤过，滤液浓缩至1ml作为供试品溶液。另取山柰对照药材0.5g，加石油醚（60～90℃）30ml，同法制成对照药材溶液。再取对甲氧基肉桂酸乙酯对照品，加石油醚（60～90℃）制成每1ml含5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各1μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品15片，研细，加二氯甲烷50ml和浓氨试液1ml，超声处理30分钟，滤过，滤液用硫酸溶液（3→10）振摇提取2次，每次15ml，合并硫酸提取液，用浓氨试液调节pH值至9～10，用二氯甲烷振摇提取2次，每次20ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取延胡索对照药材0.25g，同法制成对照药材溶液。再取延胡索乙素对照品，加甲醇制成每1ml含50μg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl和对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-丙酮（9：2）为展开剂，展开，取出，晾干，置碘缸中约3分钟后取出，挥尽板上吸附的碘后，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（4）取本品10片，研细，加乙醚30ml，超声处理15分钟，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取乳香对照药材0.2g，加乙醚30ml，超声处理15分钟，放冷，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（55：45）为流动相，待欧前胡素色谱峰出峰后，用甲醇-水（90：10）洗脱20分钟；检测波长为250nm。理论板数按欧前胡素峰计算应不低于9000。

对照品溶液的制备 取欧前胡素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，精密称定，研细，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率350W，频率50kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含白芷以欧前胡素（$C_{16}H_{14}O_4$）计，不得少于68μg。

【功能与主治】 散瘀止痛。用于跌打损伤，闪腰挫气，症见皮肤青紫、瘀斑、肿胀、疼痛、活动受限。

【用法与用量】 口服。一次5片，一日2次。

【注意】 孕妇忌服。

【规格】 ■（1）素片每片重0.36g　（2）薄膜衣片每片重0.36g■[修订]

【贮藏】 密封。

壮骨关节丸

Zhuanggu Guanjie Wan

【处方】
狗脊　淫羊藿
独活　骨碎补
续断　补骨脂
桑寄生　鸡血藤
熟地黄　木香
乳香（醋炙）　没药（醋炙）

【制法】 以上十二味，乳香、没药、木香、独活均半量，补骨脂、续断、熟地黄、鸡血藤均四分之一量，粉碎成细粉，过筛；剩余的药材与其余狗脊等四味加水煎煮，滤过，滤液减压浓缩成相对密度为1.25～1.28（60℃）的清膏，与上述细粉混匀，干燥，粉碎成细粉，用水■泛■[订正]丸，打光，制成浓缩水丸；或以上十二味，粉碎成细粉，过筛，混匀，用水■制■[订正]丸，低温干燥，用甘草炭（或生地炭）包衣，制成水丸，即得。

【性状】 本品为黑色的浓缩水丸或水丸；气芳香，味微苦。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：种皮栅状细胞淡棕色或红棕色，表面观类多角形，壁稍厚，胞腔含红棕色物（补骨脂）。薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物（熟地黄）。不规则碎块淡黄色，半透明，渗出油滴（没药）。纤维束棕黄色，周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维（鸡血藤）。草酸钙簇晶直径约45μm，存在于淡棕黄色皱缩的薄壁细胞中，常数个排列成行（续断）。

（2）取本品5g，研细，加石油醚（60～90℃）30ml，回流30分钟，滤过，药渣备用，滤液蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取独活对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯（1：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的紫色荧光斑点。

（3）取〔鉴别〕（2）项下的药渣，挥去石油醚，加乙酸乙酯30ml，回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取补骨脂素对照品，加无水乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（4：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（4）取本品10g，研细，加石油醚（60～90℃）40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加石油醚（60～90℃）2ml使溶解，作为供试品溶液。另取乳香对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液5μl对照药材溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（12：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸-乙醇（1：4）的混合溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【功能与主治】 补益肝肾，养血活血，舒筋活络，理气止痛。用于肝肾不足、血瘀气滞、脉络痹阻所致的骨性关节炎、腰肌劳损，症见关节肿胀、疼痛、麻木、活动受限。

【用法与用量】 口服。浓缩丸一次10丸；水丸一次6g，一日2次。早晚饭后服用。

【注意】 （1）本品可能引起肝损伤。

（2）肝功能不全、孕妇及哺乳期妇女禁用。

（3）在治疗期间应注意肝功能监测，如发现肝功能异常，应立即停药，并采取相应的处理。

（4）应在医生指导下严格按照适应症使用，避免大剂量、长疗程服用。

【贮藏】 密封。

灯盏生脉胶囊

Dengzhan Shengmai Jiaonang

【处方】
灯盏细辛 3000g　人参 600g
五味子 600g　麦冬 1100g

【制法】 以上四味，取灯盏细辛，加80%～90%乙醇回流提取三次，滤过，合并滤液，减压浓缩成浸膏；浸膏加三倍量水溶解，搅拌下加入10%氢氧化钠助溶，调节pH值至8，滤过，加10%硫酸调pH值至3，放置2小时，滤过，收集沉淀，水洗至中性，备用。其余人参等三味，加80%～90%乙醇回流提取三次，滤过，合并滤液，减压浓缩，用正丁醇提取三次，合并提取液，减压回收正丁醇并浓缩至稠膏状，稠膏与上述沉淀合并，加2倍量水溶解，加稀氢氧化钠调节pH值至7，滤过，滤液喷雾干燥，加入淀粉、硬脂酸镁适量，混匀，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为■灰褐色至■[修订]棕褐色的粉末；味微苦。

【鉴别】 (1)取本品内容物0.5g，加水10ml使溶解，滤过，滤液用三氯甲烷提取3次，每次2ml，合并三氯甲烷液，备用；水溶液用氢氧化钠试液调节pH值至9，再用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次5ml；合并正丁醇液，用水5ml洗涤，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Rb_1对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(7：3：1)的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取本品内容物0.3g，置10ml具塞试管中，加盐酸3滴，摇匀，加入乙酸乙酯8ml，超声处理5分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取3,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸和4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(2：7：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **焦袂康酸** 取〔鉴别〕(1)项下的三氯甲烷溶液，在水浴上蒸干，残渣加水1ml使溶解，置试管内，加三氯化铁试液1滴，不得显红色。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **野黄芩苷** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-四氢呋喃-0.2%磷酸溶液(14：14：72)为流动相；检测波长为335nm。理论板数按野黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取野黄芩苷对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，取约0.13g，精密称定，置100ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含灯盏细辛以野黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{12}$)计，不得少于15.0mg。

4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%三氟乙酸(20：80)为流动相；检测波长为327nm。理论板数按4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸峰计算应不低于8000。

对照品溶液的制备 取4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液；精密吸取1ml，置100ml量瓶中，加水至刻度，摇匀，即得(每1ml含10μg)。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，取约0.13g，精密称定，置100ml量瓶中，加水约80ml，超声处理(功率120W，频率40kHz)10分钟，放冷，再加水至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含灯盏细辛以4,5-二-*O*-咖啡酰奎宁酸($C_{25}H_{24}O_{12}$)计，不得少于1.2mg。

【功能与主治】 益气养阴，活血健脑。用于气阴两虚、瘀阻脑络引起的胸痹心痛，中风后遗症，症见痴呆、健忘、手足麻木症；冠心病心绞痛，缺血性心脑血管疾病，高脂血症见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次2粒，一日3次。饭后30分钟服用。两个月为一疗程，疗程可连续。巩固疗效或预防复发，一次1粒，一日3次。

【注意】 脑出血急性期禁用。

【规格】 每粒装0.18g

【贮藏】 密封。

导　赤　丸

Daochi Wan

【处方】		
	连翘 120g	黄连 60g
	栀子(姜炒)120g	木通 60g
	玄参 120g	天花粉 120g
	赤芍 60g	大黄 60g
	黄芩 120g	滑石 120g

【制法】 以上十味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末■加炼蜜50～60g及适量的水制丸，干燥，制成水蜜丸；

或■[增订]加炼蜜120～140g制成大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黑褐色的■水蜜丸或■[增订]大蜜丸；味甘、苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：淀粉粒复粒由2～14分粒组成，常由一个大的盔帽状分粒与几个小分粒复合(天花粉)。石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，层纹明显，直径约94μm(玄参)。种皮石细胞黄色或淡棕色，多破碎，完整者长多角形、长方形或形状不规则，壁厚，有大的圆形纹孔，胞腔棕红色(栀子)。纤维束鲜黄色，壁稍厚，纹孔明显(黄连)。韧皮纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细(黄芩)。内果皮纤维上下层纵横交错，纤维短梭形(连翘)。草酸钙簇晶大，直径60～140μm(大黄)。

(2)取本品3g，■水蜜丸研细或大蜜丸■[增订]剪碎，加硅藻土1g，研匀，加甲醇10ml，冷浸1小时，时时振摇，滤过，滤液浓缩至1ml作为供试品溶液。另取黄连对照药材50mg，加甲醇5ml同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各1～2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液(12：6：3：3：1)为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同的黄色荧光斑点。

(3)取本品3g，■水蜜丸研细或大蜜丸■[增订]剪碎，加硅藻土1g，研匀，加甲醇10ml，密塞，冷浸1小时，时时振摇，滤过，取滤液5ml，蒸干，残渣加水5ml使溶解，加盐酸0.5ml，置水浴上加热30分钟，立即冷却，用乙醚15ml分2次提取，合并乙醚提取液，蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.1g，加甲醇10ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；置氨蒸气中熏后，日光下检视，斑点变为红色。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取重量差异项下的本品，■水蜜丸研细或大蜜丸■[增订]剪碎，混匀，取约1g，精密称定，置100ml量瓶中，加水5ml，放置使溶散，加入盐酸-甲醇(1：100)混合溶液约80ml，置60℃水浴中加热15分钟，取出，超声处理(功率250W，频率33kHz)15分钟，放冷，加盐酸-甲醇(1：100)混合溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，加在中性氧化铝柱(100～200目，3g，内径为0.9cm)上，以乙醇25ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣用甲醇溶解并转移至5ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密称取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含25μg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液4μl、对照品溶液2μl与4μl，分别交叉点于同一硅胶G薄层板上，以苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水(20：10：5：5：1)为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，照薄层色谱法(附录Ⅵ B薄层色谱扫描法)进行荧光扫描，激发光波长：λ=366nm，测量供试品荧光强度与对照品荧光强度的积分值，计算，即得。

■本品含黄连以盐酸小檗碱($C_{20}H_{18}ClNO_4$)计，水蜜丸每1g不得少于1.5mg，大蜜丸每丸不得少于3.0mg。■[修订]

【功能与主治】 清热泻火，利尿通便。用于火热内盛所致的口舌生疮、咽喉疼痛、心胸烦热、小便短赤、大便秘结。

■【用法与用量】 口服。水蜜丸一次2g，大蜜丸一次1丸，一日2次；周岁以内小儿酌减。■[修订]

【规格】 ■(1)水蜜丸　每10粒重1g■[增订]　(2)大蜜丸　每丸重3g

【贮藏】 密封。

妇科十味片

Fuke Shiwei Pian

【处方】		
	醋香附500g	川芎20g
	当归180g	醋延胡索40g
	白术29g	甘草14g
	大枣100g	白芍15g
	赤芍15g	熟地黄60g
	碳酸钙65g	

【制法】 以上十一味，当归126g、醋香附、醋延胡索、白芍、赤芍、碳酸钙粉碎成细粉，甘草、大枣加水煎煮三次，合并煎液，滤过；剩余当归与白术、熟地黄、川芎用70%乙醇加热回流二次，滤过，合并二次滤液。将以上两种滤液合并，减压浓缩至相对密度为1.35～1.40(50℃)的稠膏。加入上述醋香附等六味细粉，混匀，干燥，粉碎成细粉，用糖浆与淀粉糊制成颗粒，干燥，压制成3000片，■或包薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为黄褐色的片■或薄膜衣片，薄膜衣片除去包衣后显黄褐色■[增订]；气微香，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：分泌细胞类圆形，含淡黄棕色至红棕色分泌物，其周围细胞作放射状排列(醋香附)。薄壁细胞纺锤形，壁略厚，有极微细的斜向交错纹理(当归)。

(2)取本品10片，研细，加乙醚20ml，放置1小时，时时振摇，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取α-香附酮对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(17：3)为展开剂，展开，取出晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色

谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；喷以二硝基苯肼试液，放置片刻，斑点渐变为橙红色。

(3)取当归对照药材、川芎对照药材各 0.5g，分别加乙醚15ml，超声处理 5 分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液及上述对照药材溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品 15 片，研细，加乙醇 20ml，超声处理 15 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用乙醚振摇提取 3 次，每次 20ml，弃去乙醚液，再用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 20ml，合并正丁醇液，用水洗涤 3 次，每次 10ml，取正丁醇液蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，拌入适量中性氧化铝，水浴上拌匀干燥，加在中性氧化铝柱(200～300 目，1g，内径为1～1.5cm)上，以甲醇 40ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加乙醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40∶5∶10∶0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(12∶88)为流动相；检测波长为 230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 40μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品 20 片，■薄膜衣片除去包衣，■[增订]精密称定，研细，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 100W，频率 40kHz)30 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含白芍、赤芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计，不得少于 0.25mg。

【功能与主治】 养血舒肝，调经止痛。用于血虚肝郁所致月经不调、痛经、月经前后诸证，症见行经后错，经水量少、有血块，行经小腹疼痛，血块排出痛减，经前双乳胀痛、烦躁、食欲不振。

【用法与用量】 口服。一次 4 片，一日 3 次。

■**【规格】** (1)素片　每片重 0.3g　(2)薄膜衣片　每片重 0.33g■[增订]

【贮藏】 密封。

利肝隆颗粒

Liganlong Keli

【处方】 板蓝根 400g　茵陈 83g
郁金 133g　五味子 133g
甘草 133g　当归 66.5g
黄芪 200g　刺五加浸膏 10g

【制法】 以上八味，五味子粉碎成粗粉，用 75%乙醇加热回流提取三次，第一次 3 小时，第二次 2 小时，第三次 1 小时，滤过，合并滤液回收乙醇，浓缩成清膏；取茵陈、当归、郁金，提取挥发油，药渣与蒸馏后的水溶液加入黄芪、甘草、板蓝根，加水煎煮二次，第一次 2 小时，第二次 1.5 小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至适量，加乙醇使含醇量达 77%，静置 24 小时，滤过，回收乙醇并浓缩成清膏，将上述各清膏与温热的刺五加浸膏混合，加蔗糖粉适量，混匀，制成颗粒，低温干燥，喷入挥发油，制成 1000g，■或加糊精适量，混匀，制成颗粒，低温干燥，喷入挥发油，制成 300g(无蔗糖)，■[增订]即得。

【性状】 本品为淡棕色至棕色的颗粒，味甜、微苦；■或棕黄色至棕黑色的颗粒，气微，味微苦(无蔗糖)■[增订]。

【鉴别】 (1)取本品 5g■或 1.5g(无蔗糖)■[增订]，加三氯甲烷 20ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤渣备用，滤液蒸干，残渣加甲醇 0.5ml 使溶解，作为供试品溶液。另取五味子对照药材 0.5g，同法制成对照药材溶液。再取五味子乙素对照品，加甲醇制成每 1ml 含 1mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各 2～5μl，分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下的备用药渣，加甲醇 25ml，超声处理 20 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 20ml 使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 2 次，每次 15ml，合并正丁醇液，用正丁醇饱和的水洗涤 3 次，每次 10ml，取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材 0.2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各 2～3μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13∶6∶2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；置紫外光灯(365nm)下检视，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取刺五加对照药材 1g■或 0.3g(无蔗糖)■[增订]，加甲

醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。再取异嗪皮啶对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取〔鉴别〕（1）项下的供试品溶液10～15μl、上述对照药材溶液5μl及对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇（10：10：5：2）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（45：55）为流动相；检测波长为250nm。理论板数按五味子醇甲峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取五味子醇甲对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约1g■或0.3g（无蔗糖）■[增订]，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）40分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每袋含五味子以五味子醇甲（$C_{24}H_{32}O_7$）计，不得少于2.2mg。

【功能与主治】 疏肝解郁，清热解毒，益气养血。用于肝郁湿热、气血两虚所致的两胁胀痛或隐痛、乏力、尿黄；急、慢性肝炎见上述证候者。

【用法与用量】 开水冲服。一次1袋，一日3次，小儿酌减。

【注意】 忌烟酒及辛辣油腻食品。

【规格】 （1）每袋装10g ■（2）每袋装3g（无蔗糖）■[增订]

【贮藏】 密封。

利胆片

Lidan Pian

【处方】

大黄 58g	金银花 58g
金钱草 58g	木香 96.5g
知母 58g	大青叶 58g
柴胡 58g	白芍 58g
黄芩 29g	芒硝 19g
茵陈 58g	

【制法】 以上十一味，大黄、金银花、金钱草、木香粉碎成细粉，知母、大青叶、柴胡、白芍、黄芩、茵陈加水煎煮二次，滤过，滤液合并，静置12小时，取上清液备用。芒硝加2倍水，加热溶解，滤过，滤液加入上清液中，混匀，浓缩成稠膏状，加入上述细粉制粒，干燥，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显黄褐色；味苦。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：草酸钙簇晶直径60～140μm（大黄）。花粉类球形，直径约76μm，外壁有刺状雕纹，具3个萌发孔（金银花）。分泌道含红棕色或棕色分泌物（金钱草）。木纤维成束，长梭形，直径16～24μm，壁稍厚，纹孔口横裂孔状、十字状或人字状（木香）。

（2）取本品10片，除去包衣，研细，加1%氨溶液20ml，三氯甲烷30ml，加热回流30分钟，趁热分取三氯甲烷液，浓缩至约1ml，作为供试品溶液。另取靛玉红对照品，加三氯甲烷制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30～60℃）-三氯甲烷-甲醇（2：7：0.4）为展开剂，展开，取出，晾干。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（3）取本品6片，除去包衣，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水15ml使溶解，用稀盐酸调节pH值至1～2，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次15ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取绿原酸对照品、黄芩苷对照品，分别加甲醇制成每1ml中各含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以醋酸为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与绿原酸对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；喷以1%三氯化铁乙醇溶液，供试品色谱中，在与黄芩苷对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品4片，除去包衣，研细，加三氯甲烷40ml，超声处理30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取木香对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-三氯甲烷（1：5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（5）取本品10片，除去包衣，研细，加乙醇60ml，加热回流1小时，滤过，取续滤液40ml，加盐酸1ml，加热回流1小时后浓缩至约5ml，加水20ml，用甲苯30ml振摇提取，分取甲苯液，蒸干，残渣加甲苯0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取菝葜皂苷元对照品，加甲苯制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-丙酮（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以8%香草醛无水乙醇溶液与硫酸溶液（7→10）（0.5：5）的混合溶液，在100℃加热至斑

点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液(85：15)为流动相；检测波长为254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取大黄素对照品和大黄酚对照品适量，精密称定，分别加无水乙醇-乙酸乙酯(2：1)混合溶液制成每1ml含大黄素10μg、大黄酚25μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于5片的重量)，置具塞锥形瓶中，精密加乙醇25ml，密塞，称定重量，加热回流1小时，放冷，用乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液10ml，水浴蒸干，加30%乙醇-盐酸(10：1)的混和溶液15ml，加热回流1小时，立即冷却，用三氯甲烷强力振摇提取4次，每次15ml，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣用无水乙醇-乙酸乙酯(2：1)混合溶液使溶解，移至25ml量瓶中，稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含大黄以大黄素($C_{15}H_{10}O_5$)和大黄酚($C_{15}H_{10}O_4$)的总量计，不得少于0.35mg。

【功能与主治】 舒肝止痛，清热利湿。用于肝胆湿热所致的胁痛，症见胁肋及胃腹部疼痛、按之痛剧，大便不通，小便短赤，身热头痛，呕吐不食；胆道疾患见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次6～10片，一日3次。

【注意】 孕妇慎服；服药期间忌食油腻。

【规格】 薄膜衣片　每片重■0.37■[订正]g

【贮藏】 密封。

辛夷鼻炎丸

Xinyi Biyan Wan

【处方】

辛夷 42g	薄荷 433g
紫苏叶 317g	甘草 215g
广藿香 433g	苍耳子 1111g
鹅不食草 209g	板蓝根 650g
山白芷 433g	防风 313g
鱼腥草 150g	菊花 433g
三叉苦 433g	

【制法】 以上十三味，取鹅不食草105g和防风、鱼腥草粉碎成粗粉；辛夷、薄荷、广藿香、紫苏叶提取挥发油，药渣另器收集；苍耳子、板蓝根、三叉苦、甘草、山白芷及剩余鹅不食草加水煎煮1.5小时，滤过，滤液备用，药渣另器收集；将菊花及上述各药渣加水煎煮1.5小时，滤过，滤液与上述滤液合并，并浓缩成稠膏，与上述粗粉混匀，干燥，粉碎成细粉，过筛，混匀，用水泛丸，干燥，喷入挥发油，制成1000g，用黑氧化铁-滑石粉(1：1)包衣，打光，即得。

【性状】 本品为黑色的浓缩水丸，除去包衣后，显棕褐色；气芳香，味甘凉、微苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：花粉粒类球形，直径18～35μm，表面具刺(鹅不食草)。油管含金黄色分泌物，直径约17～60μm(防风)。

(2)取本品4.5g，研细，加甲醇30ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，加在中性氧化铝柱(100～200目，12g，内径为2cm)上，用40%甲醇80ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加水20ml使溶解，用水饱和的正丁醇30ml振摇提取，分取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(40：10：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。分别置日光及紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点，紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品3g，研细，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.0cm，柱高为12cm)，用水100ml洗脱，弃去水液，再用20%甲醇50ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取苍耳子对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水-甲酸(3：10：2：2：2)为展开剂，展开，取出，晾干，置碘蒸气中熏至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品2g，研细，加乙酸乙酯20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取鹅不食草对照药材2g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(90～120℃)-甲苯-甲酸(10：20：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品3g，研细，加丙酮30ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加丙酮1ml使溶解，作为供试品溶液。另取防风对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取升麻素苷对照品，加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶

液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸-水(12∶2∶3)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(6)取本品20g,研细,加乙醚50ml,加热回流30分钟,放冷,滤过,滤液挥干,残渣加乙酸乙酯5ml使溶解,作为供试品溶液。另取鱼腥草对照药材3g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯(9∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(7)取菊花对照药材1g,同〔鉴别〕(3)项下的方法制成对照药材溶液。另取绿原酸对照品,加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液及上述对照药材溶液和对照品溶液各2μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以甲苯-乙酸乙酯-甲醇-冰醋酸-水(1∶15∶1∶1∶2)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.04mol/L醋酸钠溶液(30∶70)为流动相;检测波长为254nm。理论板数按升麻素苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取升麻素苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品适量,研细,取约2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇50ml,密塞,称定重量,冷浸1小时,超声处理(功率200W,频率45kHz)20分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5~10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1g含防风以升麻素苷($C_{22}H_{28}O_{11}$)计,不得少于0.45mg。

【功能与主治】 祛风宣窍,■清■〔订正〕热解毒。用于风热上攻、热毒蕴肺所致的鼻塞、鼻流清涕或浊涕、发热、头痛;慢性鼻炎、过敏性鼻炎、神经性头痛见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次3g,一日3次。

【规格】 每10丸重0.75g

【贮藏】 密封。

注:山白芷 为菊科植物羊耳菊 *Inula cappa* (Buch.-Ham.)DC. 的干燥根及根茎。

启 脾 丸

Qipi Wan

【处方】

人参 100g	炒白术 100g
茯苓 100g	甘草 50g
陈皮 50g	山药 100g
莲子(炒) 100g	炒山楂 50g
六神曲(炒) 80g	炒麦芽 50g
泽泻 50g	

【制法】 以上十一味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每100g粉末加炼蜜120~140g制成■小蜜丸或■〔增订〕大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕色的■小蜜丸或■〔增订〕大蜜丸;味甜。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛试液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4~6μm(茯苓)。草酸钙簇晶直径20~68μm,棱角锐尖(人参)。草酸钙针晶束存在于黏液细胞中,长80~240μm,针晶直径2~8μm(山药)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(陈皮)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草)。果皮石细胞淡紫红色、红色或黄棕色,类圆形或多角形,直径约125μm(炒山楂)。

(2)取本品6g,剪碎,加硅藻土4g,研匀,加甲醇20ml,加热回流1小时,滤过,滤液作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2~5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(32∶17∶5)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%三氯化铝乙醇溶液,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品9g,剪碎,加硅藻土5g,研匀,加三氯甲烷40ml,超声处理30分钟,滤过,药渣备用,滤液蒸干,残渣加乙酸乙酯5ml使溶解,作为供试品溶液。另取熊果酸对照品,加乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照品溶液2μl,分别点于同一用0.5%硼酸溶液制备的硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(3∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的备用药渣,加甲醇50ml,加热回流1小时,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇5ml使溶解,加在中性氧化铝柱(100~200目,15g,内径为1~1.5cm)上,用40%甲醇150ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加水30ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取2次,每次25ml,合并正丁醇液,用正丁醇饱和的水洗涤3次,每次20ml,正丁醇液蒸干,残渣加

甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g，同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg_1对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各5～10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15：40：22：10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(5)取本品9g，加硅藻土5g，研细，加乙醚30ml，加热回流30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加正己烷2ml使溶解，作为供试品溶液。另取白术对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(50：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点，并应显有一桃红色主斑点(苍术酮)。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.2mol/L醋酸铵溶液-冰醋酸(62：37：1)为流动相；柱温为35℃；检测波长为250nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取甘草酸单铵盐对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含20μg的溶液(相当于每1ml含甘草酸19.59μg)，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，剪碎，混匀，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入流动相50ml，密塞，称定重量，放置过夜，超声处理(功率250W，频率20kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用流动相补足减失的重量，混匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含甘草以甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)计，■小蜜丸每1g不得少于0.43mg，大蜜丸每丸■[增订]不得少于1.3mg。

【功能与主治】 健脾和胃。用于脾胃虚弱，消化不良，腹胀便溏。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次3g(15丸)，大蜜丸■[增订]一次1丸，一日2～3次；三岁以内小儿酌减。

【规格】 ■(1)小蜜丸　每100丸重20g　(2)大蜜丸■[增订]　每丸重3g

【贮藏】 密封。

阿胶补血膏

Ejiao Buxue Gao

【处方】 阿胶50g　熟地黄100g
党参100g　黄芪50g
枸杞子50g　白术50g

【制法】 以上六味，除阿胶外，熟地黄加水煎煮二次，每次2小时，煎液滤过，滤液合并；白术、枸杞子用6倍量60%乙醇作溶剂，进行渗漉，党参、黄芪用6倍量25%乙醇作溶剂进行渗漉，合并渗漉液；或白术、枸杞子用60%乙醇在65～70℃，党参、黄芪用25%乙醇在70～75℃动态温浸提取三次，第一次2.5小时，第二、三次各2小时，合并浸渍液；取渗漉液或浸渍液，静置，取上清液，回收乙醇至无醇味，加入阿胶、熟地黄提取液、蔗糖382g，混匀，减压浓缩至适量，加入山梨酸1.15g，混匀，调节相对密度为1.25～1.27(20℃)，制成1000g，分装，即得。

【性状】 本品为棕褐色的黏稠液体；味甜、微苦。

【鉴别】 (1)取黄芪甲苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔含量测定〕项下的供试品溶液10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。置紫外光灯(365nm)下检视，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品30g，加水20ml，搅匀，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次30ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白术对照药材1g，加乙酸乙酯30ml，超声处理15分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-甲苯-乙酸乙酯(14：3：3)为展开剂，置用展开剂预饱和15分钟的展开缸内，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热约7分钟，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品20g，加水30ml，搅匀，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次30ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙酸乙酯2ml使溶解，作为供试品溶液。另取枸杞子对照药材1g，加水40ml，煎煮15分钟，放冷，滤过，滤液加乙酸乙酯20ml振摇提取，取乙酸乙酯液，浓缩至1ml，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(3：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检

视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **相对密度** 应为1.25～1.27(附录Ⅰ F)。

其他 应符合煎膏剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ F)。

【含量测定】 **黄芪** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(34：66)为流动相；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品40g，精密称定，加水30ml，混匀，用水饱和的正丁醇回流提取4次，每次50ml，每次提取1小时。合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤2次，每次30ml，弃去洗涤液，取正丁醇液蒸干，残渣加甲醇适量使溶解，移至10ml量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl、20μl与供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每1g含黄芪以黄芪甲苷($C_{41}H_{68}O_{14}$)计，不得少于20μg。

总氮量 取本品2g，精密称定，照氮测定法(附录Ⅸ L第一法)测定，即得。

本品每1g含总氮(N)不得少于7.0mg。

【功能与主治】 补益气血，滋阴润肺。用于气血两虚所致的久病体弱、目昏、虚劳咳嗽。

【用法与用量】 口服。一次20g，早晚各一次。

【规格】 每瓶装 ■(1)100g■[增订] (2)200g (3)300g

【贮藏】 密封。

附子理中丸

Fuzi Lizhong Wan

【处方】 附子(制)100g　党参200g

炒白术150g　干姜100g

甘草100g

【制法】 以上五味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末用炼蜜35～50g加适量的水泛丸，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜100～120g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为棕褐色至棕黑色的水蜜丸，或为棕褐色至黑褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；气微，味微甜而辛辣。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：淀粉粒长卵形、广卵形或形状不规则，直径25～32μm，脐点点状，位于较小端，层纹明显(干姜)。联结乳管直径12～15μm，含细小颗粒状物(党参)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(甘草)。

(2)取本品水蜜丸4g，研碎；或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸6g，剪碎，置500ml圆底烧瓶中，加水250ml，连接挥发油测定器，自测定器上端加水至刻度并溢流入烧瓶时为止，再加入石油醚(60～90℃)1ml，加热回流2小时，放冷，取石油醚层作为供试品溶液。另取白术对照药材0.5g，加乙酸乙酯1ml，超声处理15分钟，静置，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液8μl、对照药材溶液4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(20：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(3)取本品水蜜丸5g，研细；或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸7.5g，剪碎，加硅藻土5g，研细，加甲醇40ml，超声处理40分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣用水20ml溶解，用正丁醇振摇提取2次，每次30ml，合并正丁醇提取液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取干姜对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上使成条带状，以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯-甲醇-冰醋酸(20：3：1：0.4)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光条斑。

(4)取甘草对照药材1g，加甲醇10ml，振摇3分钟，静置，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取[鉴别](3)项下的供试品溶液2μl和上述对照药材溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-冰醋酸-甲酸-水(15：1：1：2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **乌头碱限量** 取本品水蜜丸适量，研碎，取25g；或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸适量，剪碎，取36g，加氨试液4ml，拌匀，放置2小时，加乙醚60ml，振摇1小时，放置24小时，滤过，滤液蒸干，残渣用无水乙醇溶解使成1ml，作为供试品溶液。取乌头碱对照品适量，加无水乙醇制成每1ml含1.0mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液12μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷(经无水硫酸钠脱水处理)-丙酮-甲醇(6：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应位置上出现的斑点应小于对照品的斑点，或不出现斑点。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.5%醋酸溶液(20：80)为流动相；检测波长为276nm。理论板数按甘草苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取甘草苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含15μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品水蜜丸适量，研细，取约1.0g，精密称定，或取重量差异项下的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，剪碎，取约1.5g，精密称定；置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率300W，频率25kHz）45分钟，放冷，用70%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

■本品含甘草以甘草苷（$C_{21}H_{22}O_9$）计，水蜜丸每1g不得少于0.60mg；小蜜丸每1g不得少于0.33mg；大蜜丸每丸不得少于3.0mg。■[增订]

【功能与主治】　温中健脾。用于脾胃虚寒，脘腹冷痛，呕吐泄泻，手足不温。

【用法与用量】　口服。水蜜丸一次6g，■小蜜丸一次9g，■[增订]大蜜丸一次1丸，一日2～3次。

【注意】　孕妇慎用。

【规格】　(1)小蜜丸　每100丸重20g　(2)大蜜丸　每丸重9g

【贮藏】　密封。

板蓝根颗粒

Banlangen Keli

【处方】　板蓝根1400g

【制法】　取板蓝根，加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至相对密度为1.20（50℃），加乙醇使含醇量达60%，静置使沉淀，取上清液，回收乙醇并浓缩至适量，加入适量的蔗糖粉和糊精，制成颗粒，干燥，制成1000g；或加入适量的糊精、或适量的糊精和甜味剂，制成颗粒，干燥，制成600g；■或取上清液，回收乙醇并浓缩至相对密度为1.32～1.35（60℃），干燥，粉碎，加入适量的淀粉及湿润剂，混匀，制成颗粒，干燥，制成200g，■[增订]即得。

【性状】　本品为浅棕黄色至棕褐色的颗粒；味甜、微苦，或味微苦[规格(4)]。

【鉴别】　取本品2g，研细，加乙醇10ml，超声处理30分钟，滤过，滤液浓缩至2ml，作为供试品溶液。另取板蓝根对照药材0.5g，加乙醇20ml，同法制成对照药材溶液。再取亮氨酸对照品、精氨酸对照品，加乙醇制成每1ml各含0.1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液及对照品溶液各5～10μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（19：5：5）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以茚三酮试液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ C）。

【功能与主治】　清热解毒，凉血利咽。用于肺胃热盛所致的咽喉肿痛、口咽干燥、腮部肿胀；急性扁桃体炎、腮腺炎见上述证候者。

【用法与用量】　开水冲服。一次■5～10g■[修订][规格(1)、(2)]，或一次■1～2袋[规格(3)、(4)]■[修订]，一日3～4次。

【规格】　(1)每袋装5g(相当于饮片7g)　(2)每袋装10g(相当于饮片14g)　(3)每袋装3g(无蔗糖，相当于饮片7g)　■(4)每袋装1g(无蔗糖，相当于饮片7g)■[增订]

【贮藏】　密封。

刺五加片

Ciwujia Pian

【处方】　刺五加浸膏150g

【制法】　取刺五加浸膏，加辅料适量，混匀，制成颗粒，干燥，压制成1000片，包糖衣■或薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】　本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订]，除去■包■[修订]衣后显棕褐色；味微苦、涩。

【鉴别】　取本品6片，除去■包■[修订]衣，研细，加甲醇20ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取刺五加对照药材5g，加甲醇20ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。再取异嗪皮啶对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各5μl、对照品溶液1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（8：1：0.1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点；在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】　应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【浸出物】　取本品10片，除去■包■[修订]衣，精密称定，研细，取适量（约相当于刺五加浸膏0.75g），精密称定，照醇溶性浸出物测定法项下的热浸法（附录Ⅹ A）测定，用甲醇作溶剂。每片含浸出物不得少于80mg。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（20：80）为流动相；检测波长为265nm。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取紫丁香苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含80μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品10片，除去■包■[修订]衣，精密称定，研细，取相当于2片的量，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率33kHz）10分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含紫丁香苷（$C_{17}H_{24}O_9$）不得少于0.40mg。

【功能与主治】　益气健脾，补肾安神。用于脾肾阳虚，体虚乏力，食欲不振，腰膝酸痛，失眠多梦。

【用法与用量】　口服。一次2～3片，一日2次。

■**【规格】**　薄膜衣片　每片重（1）0.26g　（2）0.3g■[增订]

【贮藏】　密封。

郁金银屑片

Yujin Yinxie Pian

【处方】

秦艽 30g	当归 30g
石菖蒲 30g	关黄柏 30g
香附（酒炙）30g	郁金（醋炙）30g
醋莪术 30g	雄黄 30g
马钱子粉 30g	皂角刺 30g
桃仁 30g	红花 30g
乳香（醋炙）30g	硇砂 12g
玄明粉 18g	大黄 18g
土鳖虫 36g	青黛 24g
木鳖子 24g	

【制法】　以上十九味，郁金、醋莪术、香附、玄明粉、硇砂、乳香粉碎成细粉；雄黄水飞成极细粉；雄黄极细粉、马钱子粉与上述细粉配研均匀；秦艽、当归、石菖蒲、关黄柏、青黛粉碎成中粉，用70%乙醇作溶剂，浸渍24小时后进行渗漉，取初漉液120ml备用，其余渗漉液回收乙醇后浓缩成稠膏；其他皂角刺等六味加水煎煮三次，第一次3小时，第二次2小时，第三次1小时，滤过，合并滤液，浓缩成稠膏，与上述稠膏及细粉混匀。干燥，粉碎，过筛，用上述备用初漉液制粒，干燥，压制成1000片，包■糖衣或薄膜■[增订]衣，即得。

【性状】　本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订]，除去包衣后，显黄棕色至棕褐色；气微香，味微苦、涩。

【鉴别】　（1）取本品，置显微镜下观察：单细胞非腺毛形似纤维，多碎断，基部膨大似石细胞，木化（马钱子粉）。石细胞淡黄或黄棕色，呈类圆形或类多角形，壁较厚（香附）。不规则碎块金黄色或橙黄色，有光泽（雄黄）。不规则团块无色或淡黄色，表面及周围扩散众多细小颗粒，久置溶化（乳香）。

（2）取本品5片，除去包衣，研细，加甲醇10ml，加热回流15分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（7：1：2）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品13片，除去包衣，研细，加甲醇20ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，再加盐酸1ml，加热回流30分钟，立即冷却，用乙醚提取2次，每次20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。再取大黄酚对照品和大黄素对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液及对照药材溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（30～60℃）-甲酸乙酯-甲酸（15：5：1）的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置氨气中熏后，供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

（4）取本品13片，除去包衣，研细，加石油醚（60～90℃）30ml，加热回流30分钟，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯5ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】　**三氧化二砷**　取本品适量，除去包衣，研细，取粉末1.5g，精密称定。加稀盐酸30ml，不断搅拌30分钟，置100ml量瓶中，加水至刻度，摇匀，静置，精密吸取上清液10ml，置100ml量瓶中，加水至刻度，摇匀，滤过，精密量取滤液2ml，加盐酸5ml，水21ml，依法（附录Ⅸ F第一法）检查，所显示砷斑不得深于标准砷斑。

重金属　取本品适量，除去包衣，置研钵中研细。取粉末1g，精密称定，照炽灼残渣检查法炽灼至完全灰化。取遗留的残渣，依法（附录Ⅸ E第二法）检查，含重金属不得过百万分之三十。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.01mol/L庚烷磺酸钠与0.02mol/L磷酸二氢钾等量混合溶液（用10%磷酸调节pH值至2.8）（21：79）为流动相；检测波长为254nm。理论板数按士的宁峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取士的宁对照品适量，精密称定，加三氯甲烷制成每1ml含士的宁0.3mg的溶液，再精密吸取

2ml,置10ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得(每1ml中含士的宁0.06mg)。

供试品溶液的制备 取本品40片,除去包衣,精密称定,研细,取4g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入浓氨试液1ml,润湿,再精密加入三氯甲烷20ml,称定重量,加热回流2小时,放冷,再称定重量,用三氯甲烷补足减失的重量,摇匀,用铺有适量无水硫酸钠的干燥滤纸滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液3ml,置10ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含马钱子粉以士的宁($C_{21}H_{22}N_2O_2$)计,应为0.20～0.25mg。

【功能与主治】 疏通气血,软坚消积,清热解毒,燥湿杀虫。用于银屑病(牛皮癣)。

【用法与用量】 口服。一次3～6片,一日2～3次。

【注意】 在专科医生指导下应用。

【规格】 ■(1)薄膜衣片 每片重0.28g (2)糖衣片(片心重0.24g)■[修订]

【贮藏】 密封。

金果含片

Jinguo Hanpian

【处方】 地黄 玄参
西青果 蝉蜕
胖大海 麦冬
南沙参 太子参
陈皮

【制法】 以上九味,地黄、玄参、西青果、蝉蜕加水煎煮二次,每次30分钟,煎液滤过,滤液合并,浓缩至相对密度为1.14(80℃),加2倍量乙醇,搅匀,静置24小时,取上清液,减压浓缩至适量,备用;其余胖大海等五味加水煎煮二次,每次30分钟,煎液滤过,滤液合并,浓缩至适量,与上述备用液合并,浓缩至适量,加入适量的蔗糖和甜菊素,混匀,制颗粒,干燥,喷入含薄荷素油的乙醇溶液,密闭2小时,加入适量的辅料,混匀,压制成片,■或包薄膜衣,■[增订]即得。

【性状】 本品为■素片或薄膜衣片,素片或薄膜衣片除去包衣后显■[增订]淡红棕色至棕色;味甜,有清凉感。

【鉴别】 (1)取本品10片,■薄膜衣片除去包衣,■[增订]研细,加水100ml、稀盐酸10ml,加热使溶解,加乙酸乙酯40ml,轻轻振摇提取,分取乙酸乙酯液,浓缩至约2ml,作为供试品溶液。另取西青果对照药材2g,加水100ml,煮沸15～20分钟,同时不断滴加稀盐酸20～30ml,趁热滤过,滤液加乙醚50ml,轻轻振摇提取,分取乙醚液,浓缩至约5ml,作为对照药材溶液。再取没食子酸对照品,加乙酸乙酯制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液和对照品溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸丁酯-甲醇-甲酸(4:1:0.6:0.7)为展开剂,在10～20℃展开,取出,晾干,喷以2%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,分别在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取本品5片,■薄膜衣片除去包衣,■[增订]研细,加乙酸乙酯20ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取陈皮对照药材0.25g,加水50ml,煎煮约20分钟,滤过,取滤液,通过聚酰胺柱(60目,2g)上,用30%乙醇20ml洗脱,再用乙酸乙酯30ml洗脱,收集乙酸乙酯洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品20片,■薄膜衣片除去包衣,■[增订]研细,加乙醇50ml,超声处理1小时,静置,滤过,滤液蒸干,残渣加水30ml,加热使溶解,用乙醚振摇提取2次,每次30ml,再用水饱和的正丁醇30ml振摇提取,取正丁醇提取液,用水10ml洗涤,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取玄参对照药材2.5g,加乙醇50ml,加热回流1小时,滤过,取滤液,自"滤液蒸干"起,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(5:1)为展开剂,在用展开剂预饱和30分钟的展开缸内展开,取出,晾干,喷以1%香草醛硫酸溶液,加热至斑点显红色。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点,放置后斑点颜色逐渐加深。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-1.5%冰醋酸溶液(17:83)为流动相;检测波长为284nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含48μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,研细,取约2g,精密称定,置索氏提取器中,加甲醇80ml,加热回流至提取液无色,放冷,提取液转移至100ml量瓶中,用少量甲醇分次洗涤容器,洗液并入同一量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计,不得少于0.40mg。

【功能与主治】 养阴生津，清热利咽。用于肺热阴伤所致的咽部红肿、咽痛、口干咽燥；急、慢性咽炎见上述证候者。

【用法与用量】 含服。一小时2～4片，一日10～20片。

【注意】 少数患者用药后偶有恶心、上腹不适感。

【规格】 ■(1)素片■[修订] 每片重0.55g ■(2)薄膜衣片 每片重0.57g■[增订]

【贮藏】 密封。

金 果 饮

Jinguoyin

【处方】 地黄73g 玄参55g
西青果18g 蝉蜕27g
麦冬55g 胖大海18g
南沙参55g 太子参55g
陈皮36g 薄荷素油0.5ml

【制法】 以上十味，地黄、玄参、西青果、蝉蜕加水煎煮二次，每次30分钟，滤过，滤液浓缩至相对密度为1.14～1.19(80℃)的清膏，加2倍量乙醇搅匀，静置24小时，滤过，滤液减压浓缩至相对密度为1.13～1.15(80℃)的清膏，备用。麦冬、胖大海、南沙参、太子参、陈皮加水煎煮二次，第一次30分钟，第二次20分钟，滤过，合并滤液，浓缩至相对密度为1.03～1.08(80℃)的清膏，静置24小时，滤过，滤液与上述清膏合并，■加入薄荷素油，甜菊素1g，苯甲酸钠3g及适量水，搅拌30分钟，加水至1000ml；或■[增订]加蔗糖200g，滤过，滤液加薄荷素油、枸橼酸1g、苯甲酸钠2g，搅匀，加水至1000ml，即得。

【性状】 本品为棕褐色的液体；味微甜，具清凉感。

【鉴别】 (1)取本品50ml，加乙酸乙酯50ml振摇提取，水层备用，乙酸乙酯层蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取陈皮对照药材3g，加水70ml，煮沸15分钟，滤过，取滤液同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环已烷-丙酮(9：5)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取没食子酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液和上述对照品溶液各3μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(6：4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取〔鉴别〕(1)项下的备用水层，用水饱和的正丁醇振摇提取2次(50ml，30ml)，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次(50ml，30ml)，再用正丁醇饱和的水50ml洗涤，取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，加在中性氧化铝柱(100～200目，2g，内径为1cm)上，用甲醇30ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加无水乙醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取玄参对照药材2g，加水50ml，加热回流1小时，取出，放冷，滤过，滤液同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各20μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(10：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **相对密度** 应不低于1.07■或不低于1.02(无蔗糖)■[增订](附录Ⅶ A)。

pH值 应为3.0～5.0(附录Ⅶ G)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.2%磷酸溶液(18：82)为流动相；检测波长为283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于6000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含33μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品5ml，置25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1ml含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计，不得少于0.15mg。

【功能与主治】 养阴生津，清热利咽，用于肺热阴伤所致的咽部红肿、咽痛、口干咽燥；急、慢性咽炎见上述证候者。亦可用于放疗引起的咽干不适。

【用法与用量】 口服。一次15ml，一日3次或遵医嘱。

【注意】 忌食辛辣、油腻、厚味食物。

【规格】 (1)每支装15ml (2)每瓶装90ml (3)每瓶装165ml ■(4)每支装15ml(无蔗糖)■[增订]

【贮藏】 密封。

金 振 口 服 液

Jinzhen Koufuye

【处方】 ■山羊角94.5g 平贝母47.25g
大黄31.50g 黄芩15.75g
青礞石15.75g 石膏23.62g
人工牛黄9.45g 甘草31.50g■[修订]

【制法】 以上八味，■山羊角■[订正]粉碎成细粉，加水及氢氧化钠，水解，滤过；药渣加水及氢氧化钠，水解至几乎全溶，滤过，合并两次滤液，浓缩；青礞石、石膏粉碎成粗粉，加水

煎煮二次，滤过，滤液合并，浓缩；人工牛黄用70%乙醇回流提取二次，滤过，滤液合并，减压回收乙醇，浓缩；其余平贝母等四味，加水煎煮二次，滤过，滤液合并，浓缩至适量，离心，上清液加乙醇使沉淀，静置，取上清液，滤过，减压回收乙醇，浓缩，与上述浓缩液及适量的甜菊素混匀，加水搅匀，煮沸，冷藏，滤过，滤液加水至1000ml，调节pH值，灌封，灭菌，即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕红色的液体；气芳香，味甜、微苦。

【鉴别】 (1)取本品50ml，加盐酸5ml与二氯甲烷25ml，加热回流1小时，分取二氯甲烷液，水溶液用二氯甲烷振摇提取3次，每次30ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加二氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.2g，加甲醇25ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，转移至圆底烧瓶中，加盐酸1ml及二氯甲烷15ml，加热回流1小时，分取二氯甲烷液，水溶液用二氯甲烷振摇提取3次，每次10ml，合并二氯甲烷液，蒸干，残渣加二氯甲烷1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(60～90℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：8：1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点；置氨蒸气中熏后，日光下检视，显相同的红色斑点。

(2)取本品20ml，通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为0.9cm，柱高为12cm)，用水100ml洗脱，弃去洗脱液，再用甲醇60ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-甲酸乙酯-甲酸(3：3：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以2%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取胆酸对照品、猪去氧胆酸对照品适量，加乙醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液与上述对照品溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙醚-三氯甲烷-冰醋酸(2：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品50ml，加盐酸5ml，用三氯甲烷加热回流提取2次(80ml，70ml)，每次1小时，放冷，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣加甲醇5ml使溶解，作为供试品溶液。另取甘草次酸对照品，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸(20：7：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%磷钼酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 **pH值** 应为6.0～8.0(附录Ⅶ G)。

相对密度 应不低于1.04(附录Ⅶ A)。

重金属 精密量取本品2ml，置坩埚中蒸干，再缓缓炽灼至完全灰化，放冷，依法(附录Ⅸ E第二法)检查。重金属含量不得过百万分之十。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液(45：55)为流动相；检测波长为278nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品5ml，置50ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1ml含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，不得少于0.25mg。

【功能与主治】 清热解毒，祛痰止咳。用于小儿痰热蕴肺所致的发热、咳嗽、咳吐黄痰、咳吐不爽、舌质红、苔黄腻；小儿急性支气管炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。六个月至一岁，一次5ml，一日3次；二岁至三岁，一次10ml，一日2次；四岁至七岁，一次10ml，一日3次；八岁至十四岁，一次15ml，一日3次。疗程5～7天，或遵医嘱。

【注意】 (1)偶见用药后便溏，停药后即可复常。

(2)风寒咳嗽或体虚久咳者忌服。

【规格】 每支装10ml

【贮藏】 密封，置阴凉处。

金银花露

Jinyinhua Lu

【处方】 金银花

【制法】 取金银花■62.5g■[增订]，用水蒸气蒸馏，收集蒸馏液约1000ml，取蒸馏液，调节pH值至约4.5，加矫味剂适量，滤过，制成1000ml，灌封，灭菌，即得。■［规格(1)］■[增订]

■取金银花100g，用水蒸气蒸馏，收集蒸馏液1400ml，加入单糖浆适量至1600ml，滤过，灌封，灭菌；或取蔗糖140g及苯甲酸钠32g，加水使溶解，兑入蒸馏液中，加水至1600ml，混匀，加适量枸橼酸调节pH值至4.0～4.5，混匀，滤过，灭菌，灌封，即得。［规格(2)］■[增订]

【性状】 本品为无色至淡黄色的透明液体；气芳香，味微

甜■或甜■[增订]。

【鉴别】 取本品100ml，置圆底烧瓶中，加氯化钠20g，连接挥发油测定器，自测定器上端加水使充满刻度部分，并溢流入烧瓶为止，再加乙酸乙酯2ml，加热至沸并保持微沸2小时，放冷，吸取乙酸乙酯层，加入无水硫酸钠适量脱水，取上清液作为供试品溶液。另取芳樟醇对照品，加乙酸乙酯制成每1ml含50μg的溶液，作为对照品溶液。照气相色谱法（附录Ⅵ E）试验，用聚合-交联聚乙二醇20000（PEG-20M）毛细管柱（柱长为30m，内径为0.25mm，膜厚度为0.25μm）；程序升温，初始温度为70℃，保持1分钟，以每分钟3℃的速率升温至130℃，再以每分钟50℃的速率升温至250℃，维持10分钟。分别吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入气相色谱仪。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【检查】 **pH值** 应为3.5～5.5（附录Ⅶ G）。

■**相对密度** 应不低于1.03（附录Ⅶ A）。〔规格(2)〕■[增订]

其他 应符合露剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ S）。

【功能与主治】 清热解毒。用于暑热内犯肺胃所致的中暑、痱疹、疖肿，症见发热口渴、咽喉肿痛、痱疹鲜红、头部疖肿。

【用法与用量】 口服。一次60～120ml，一日2～3次。

【规格】 ■(1)每瓶装 60ml 100ml 150ml 340ml（无蔗糖） (2)每瓶装 60ml 100ml 150ml 340ml （含蔗糖）■[修订]

【贮藏】 密封，置阴凉处。

乳癖消片

Rupixiao Pian

【处方】 鹿角 蒲公英
昆布 天花粉
鸡血藤 三七
赤芍 海藻
漏芦 木香
玄参 牡丹皮
夏枯草 连翘
红花

【制法】 以上十五味，玄参、三七、鹿角分别粉碎成细粉；其余蒲公英等十二味加水煎煮二次，煎液滤过，滤液合并，浓缩至适量，与上述细粉和适量的辅料混匀，制成颗粒，干燥，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣；或压制成500片，包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕褐色至棕黑色；气微，味苦、咸。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，层纹明显，直径约至94μm（玄参）。不规则块片半透明，边缘折光较强，表面有纤细短纹理和小孔及细裂隙（鹿角）。

(2)取本品，糖衣片除去糖衣，研细，取1g，加甲醇20ml，超声处理40分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水30ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水洗涤2次，每次20ml，弃去水洗液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Rg_1对照品及三七皂苷R_1对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水（13：7：2）10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10％的硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品，糖衣片除去糖衣，研细，取约1.5g，置具塞锥形瓶中，加30％甲醇30ml，超声处理1小时，放冷，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取哈巴俄苷对照品适量，加30％甲醇制成每1ml含25μg的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）试验，以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以1％醋酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为278nm，理论板数按哈巴俄苷峰计算应不低于4000。分别吸取对照品溶液5μl与供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

时间（分钟）	流动相A（％）	流动相B（％）
0～20	20→50	80→50

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05％磷酸溶液（20：80）为流动相；检测波长为203nm。理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取人参皂苷Rg_1对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，或取糖衣片20片，除去糖衣，精密称定，研细，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，称定重量，加热回流3小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，蒸干，残渣用水30ml分次溶解，转移至分液漏斗中，用水饱和的正丁醇振摇提取5次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用氨试液20ml洗涤，弃去氨试液，再用正丁

醇饱和的水洗涤2次，每次20ml，取正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇溶解，转移至25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液5～10μl与供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含三七以人参皂苷$Rg_1(C_{42}H_{72}O_{14})$计，小片不得少于1.2mg；大片不得少于2.4mg。

【功能与主治】 软坚散结，活血消■痈■[订正]，清热解毒。用于痰热互结所致的乳癖、乳痈，症见乳房结节、数目不等、大小形态不一、质地柔软，或产后乳房结块、红热疼痛；乳腺增生、乳腺炎早期见上述证候者。

【用法与用量】 口服。小片一次5～6片，大片一次3片，一日3次。

【注意】 孕妇慎服。

【规格】 (1)薄膜衣片 每片重0.34g (2)薄膜衣片 每片重0.67g (3)糖衣片(片心重0.32g)

【贮藏】 密封。

乳癖消胶囊

Rupixiao Jiaonang

【处方】

鹿角	蒲公英
昆布	天花粉
鸡血藤	三七
赤芍	海藻
漏芦	木香
玄参	牡丹皮
夏枯草	连翘
红花	

【制法】 以上十五味，玄参、三七、鹿角分别粉碎成细粉；其余蒲公英等十二味加水煎煮二次，煎液滤过，滤液合并，浓缩至适量，与上述细粉和辅料适量混匀，制成颗粒，装入胶囊，制成1000粒，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为灰褐色至棕褐色的颗粒和粉末；气微，味苦、咸。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：石细胞黄棕色或无色，类长方形、类圆形或形状不规则，层纹明显，直径约至94μm(玄参)。不规则块片半透明，边缘折光较强，表面有纤细短纹理和小孔及细裂隙(鹿角)。

(2)取本品内容物1g，加甲醇20ml，超声处理40分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水30ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用正丁醇饱和的水洗涤2次，每次20ml，弃去水洗液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Rg_1对照品及三七皂苷R_1对照品，加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13∶7∶2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%的硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品内容物1.5g，置具塞锥形瓶中，加30%甲醇30ml，超声处理1小时，放冷，滤过，滤液作为供试品溶液。另取哈巴俄苷对照品适量，加30%甲醇制成每1ml含25μg的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈为流动相A，以1%醋酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为278nm，理论板数按哈巴俄苷峰计算，应不低于4000。分别精密吸取对照品溶液5μl与供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～20	20→50	80→50

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05%磷酸溶液(20∶80)为流动相；检测波长为203nm。理论板数按人参皂苷Rg_1峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取人参皂苷Rg_1对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，取约1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，称定重量，加热回流3小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，蒸干，残渣加水30ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取5次，每次20ml，合并正丁醇提取液，用氨试液20ml洗涤，弃去氨试液，正丁醇液再用正丁醇饱和的水洗涤2次，每次20ml，分取正丁醇液，回收至干，残渣加甲醇溶解，转移至25ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含三七以人参皂苷$Rg_1(C_{42}H_{72}O_{14})$计，不得少于1.2mg。

【功能与主治】 软坚散结，活血消■痈■[订正]，■清■[订正]热解毒。用于痰热互结所致的乳癖、乳痈，症见乳房结节、数目不等、大小形态不一、质地柔软，或产后乳房结块、红热疼痛；乳腺增生、乳腺炎早期见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次5～6粒，一日3次。

【注意】 孕妇慎服。

【规格】 每粒装0.32g

【贮藏】 密封。

骨 仙 片

Guxian Pian

【处方】 熟地黄217g 枸杞子69g
女贞子102g 黑豆135g
菟丝子135g 骨碎补102g
仙茅69g 牛膝69g
防己102g

【制法】 ■以上九味，菟丝子加70%乙醇冷浸三次，第一次48小时，第二、三次各24小时，合并浸液，滤过，滤液回收乙醇至适量；其余骨碎补等八味，加水煎煮二次，每次2小时，合并煎液，滤过，滤液与上述提取液合并。合并后的溶液浓缩成稠膏，干燥，粉碎；或浓缩成稠膏，加入淀粉适量，干燥，粉碎。加入滑石粉适量，混匀，用适量乙醇制成颗粒，干燥，加入硬脂酸镁适量，混匀，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。■[修订]

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕褐色；味微苦、酸涩。

【鉴别】 (1)取本品20片，糖衣片除去包衣，研细，加乙醇30ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，滴加0.5mol/L盐酸溶液调节pH值至3～4，用乙酸乙酯提取2次，每次10ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取黑豆对照药材3g，加70%乙醇25ml，超声处理10分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(4：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏后，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取枸杞子对照药材2g，加水50ml，煎煮15分钟，滤过，滤液用乙酸乙酯振摇提取2次，每次15ml，合并乙酸乙酯提取液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液及上述对照药材溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-乙酸乙酯-甲酸(8：0.5：0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品20片，糖衣片除去包衣，研细，加水60ml，振摇30分钟，滤过，滤液用水饱和正丁醇提取2次，每次30ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取仙茅对照药材1g，加水100ml煎煮1小时，滤过，取滤液，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(12：3：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(4)取本品20片，糖衣片除去包衣，研细，置具塞锥形瓶中，加适量氨试液使湿润，放置半小时，加三氯甲烷50ml，回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取防己对照药材1g，同法制成对照药材溶液，再取粉防己碱对照品与防己诺林碱对照品适量，加三氯甲烷制成每1ml各含0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液2～5μl、对照品溶液5μl，分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲醇-水(10：1：0.5：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，分别显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(20：80)为流动相；检测波长为283nm。理论板数按柚皮苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取柚皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含60μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，糖衣片除去包衣，精密称定，研细，取2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率25kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液；或离心，取上清液(薄膜衣片)，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含骨碎补以柚皮苷($C_{27}H_{32}O_{14}$)计，不得少于0.15mg。

【功能与主治】 补益肝肾，强壮筋骨，通络止痛。用于肝肾不足所致的痹病，症见腰膝骨节疼痛、屈伸不利、手足麻木；骨质增生见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次4～6片，一日3次。

【注意】 孕妇慎服。感冒发热勿服。

【规格】 (1)糖衣片(片芯重0.32g) (2)薄膜衣片 每片重0.33g ■(3)薄膜衣片 每片重0.41g■[增订]

【贮藏】 密封。

复方川贝精片

Fufang Chuanbeijing Pian

【处方】 麻黄浸膏适量(相当于盐酸麻黄碱和盐酸伪麻碱的总量2.1g)

川贝母 25g　　陈皮 94g

桔梗 94g　　五味子 53g

甘草浸膏 15g　　法半夏 75g

远志 53g

【制法】 以上八味,麻黄浸膏系取麻黄适量,加水煎煮二次,每次2小时,煎液滤过,滤液合并,减压浓缩成相对密度为1.40(50℃)的清膏,干燥,测定盐酸麻黄碱的含量,即得。麻黄浸膏粉碎成细粉,川贝母、法半夏粉碎成细粉;陈皮蒸馏提取挥发油,挥发油备用;药渣加水煎煮一次,滤过;五味子、远志、桔梗用65%乙醇加热回流提取二次,滤过,合并滤液,回收乙醇,与陈皮煎液合并,浓缩成稠膏,加入甘草浸膏、川贝母和法半夏的细粉及适量辅料,混匀,干燥,粉碎,加入麻黄浸膏细粉,混匀,干燥,喷加陈皮挥发油,混匀,制成颗粒,干燥,压制成1000片,包糖衣■或薄膜衣■[增订],即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订],除去■包■[修订]衣后显棕黄色至棕褐色;味苦、微辛。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙针晶成束,长32~144μm,存在于黏液细胞中或散在(法半夏)。淀粉粒广卵形或贝壳形,直径40~64μm,脐点短缝状、人字形或马蹄形,层纹可察见(川贝母)。

(2)取本品20片,研细,加无水乙醇30ml,超声处理30分钟,滤过,滤液回收乙醇至约1ml,加适量中性氧化铝,拌匀,干燥,加在中性氧化铝柱(200~300目,10g,内径为1.5cm)上,用乙醇70ml洗脱,收集洗脱液,回收乙醇至干,残渣加乙醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品,加乙醇制成每1ml含0.4mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一用2%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(40:7:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以茚三酮试液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品5片,除去■包■[修订]衣,研细,用水20ml溶解,离心,取上清液,滤过,滤液用乙醚洗涤2次,每次20ml,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次30ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5~10μl、对照品溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(32:17:5)的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%三氯化铝乙醇溶液,在105℃加热3~5分钟,放冷,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品15片,除去■包■[修订]衣,研细,加三氯甲烷15ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加三氯甲烷2ml使溶解,作为供试品溶液。另取五味子对照药材0.5g,加三氯甲烷10ml,同法制成1ml对照药材溶液。再取五味子醇甲对照品,加乙酸乙酯制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10~15μl、对照药材溶液和对照品溶液各5μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(3:2)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.1%磷酸溶液(3:97)为流动相;检测波长为210nm。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取盐酸麻黄碱对照品、盐酸伪麻黄碱对照品适量,精密称定,加盐酸甲醇溶液(1→1000)制成每1ml含盐酸麻黄碱0.25mg、盐酸伪麻黄碱0.1mg的混合溶液,摇匀,精密量取5ml,置25ml量瓶中,加甲醇-浓氨试液(19:1)的混合溶液至刻度,摇匀,即得。

供试品溶液的制备 取本品10片,除去■包■[修订]衣,精密称定,研细,取适量(约相当于1片的重量),精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入0.1mol/L的盐酸溶液25ml,密塞,超声处理(功率250W,频率50kHz)30分钟,放冷,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密吸取续滤液5ml,加在固相萃取柱(以混合型阳离子交换反相吸附剂为填充剂的固相萃取柱,规格:6cc/200mg,30μm;6cc/150mg,30μm。用甲醇、水各5ml预洗)上,依次用0.1mol/L盐酸溶液和甲醇各5ml洗脱,弃去洗脱液,放置5分钟,继用甲醇-浓氨试液(19:1)的混合溶液5ml洗脱,收集洗脱液于5ml量瓶中,加上述混合溶液至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含麻黄浸膏以盐酸麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)和盐酸伪麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)的总量计,不得少于1.4mg。

【功能与主治】 宣肺化痰,止咳平喘。用于风寒咳嗽、痰喘引起的咳嗽气喘、胸闷、痰多;急、慢性支气管炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次3~6片,一日3次。小儿酌减。

■【规格】 薄膜衣片　每片重0.26g■[增订]

【注意】 高血压、心脏病患者及孕妇慎用。

【贮藏】 密封。

复方丹参滴丸

Fufang Danshen Diwan

【处方】 丹参　　三七

冰片

【制法】 以上三味，冰片研细；丹参、三七加水煎煮，煎液滤过，滤液浓缩，加入乙醇，静置使沉淀，取上清液，回收乙醇，浓缩成稠膏，备用。取聚乙二醇适量，加热使熔融，加入上述稠膏和冰片细粉，混匀，滴入冷却的液体石蜡中，制成滴丸，或包薄膜衣，即得。

【性状】 本品为棕色的滴丸，或为薄膜衣滴丸，除去包衣后显黄棕色至棕色；气香，味微苦。

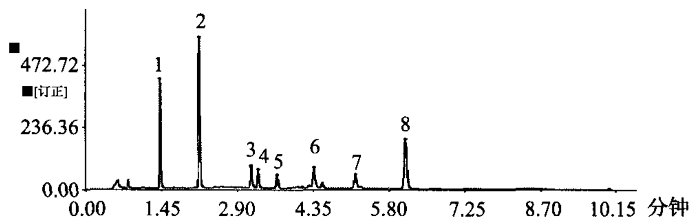
【鉴别】 (1)取本品40丸，薄膜衣丸压破包衣，加无水乙醇10ml，超声处理10分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取冰片对照品，加无水乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯(17：3)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取本品20丸，置离心管中，加入稀氨溶液(取浓氨试液8ml，加水使成100ml，混匀)9ml，超声处理使溶解，离心，取上清液，通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为0.7cm，柱高为5cm)，用水15ml洗脱，弃去水洗脱液，再用甲醇洗脱，弃去初洗脱液约0.4ml，收集续洗脱液约5ml，浓缩至约2ml，作为供试品溶液。另取三七对照药材0.5g，同法(超声处理时间为15分钟)制成对照药材溶液。再取三七皂苷R_1对照品、人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Rg_1对照品、人参皂苷Re对照品，加甲醇制成每1ml含三七皂苷R_1 1mg、人参皂苷Rb_1、人参皂苷Rg_1和人参皂苷Re各0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液4～10μl、对照药材溶液和对照品溶液各2～4μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-水(13：7：2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂，展开，展距12cm以上，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，分别在日光和紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点，紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品15丸，置离心管中，加水1ml和稀盐酸2滴，振摇使溶解，加入乙酸乙酯3ml，振摇1分钟后离心2分钟，取上清液作为供试品溶液。另取丹参素钠对照品，加75%甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-丙酮-甲酸(25：10：4)为展开剂，展开，取出，晾干，置氨蒸气中熏15分钟后，显淡黄色斑点，放置30分钟后置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合滴丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ K)。

【指纹图谱】 〔含量测定〕项下的供试品色谱图中，应呈现八个与对照指纹图谱相对应的特征峰，按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算，供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于0.90。



对照指纹图谱

峰1：丹参素

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用Waters Acquity UPLC™ HSS T3(柱长为100mm，内径为2.1mm，1.8μm)色谱柱，以含0.02%磷酸的80%乙腈溶液为流动相A，以0.02%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.4ml；检测波长为280nm；柱温为40℃。理论板数按丹参素峰计算应不低于8000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～1.6	9→22	91→78
1.6～1.8	22→26	78→74
1.8～8.0	26→39	74→61
8.0～8.4	39→9	61→91
8.4～10.0	9	91

对照品溶液的制备 取丹参素钠对照品适量，精密称定，加75%甲醇制成每1ml含0.16mg的溶液(相当于每1ml含丹参素0.144mg)，即得。

供试品溶液的制备 取本品10丸，精密称定，置10ml量瓶中，加水适量，超声处理(功率120W，频率40kHz)15分钟使溶解，放冷，加水至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各2～4μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含丹参以丹参素($C_9H_{10}O_5$)计，不得少于0.10mg。

【功能与主治】 活血化瘀，理气止痛。用于气滞血瘀所致的胸痹，症见胸闷、心前区刺痛；冠心病心绞痛见上述证

候者。

【用法与用量】 吞服或舌下含服。一次10丸，一日3次。28天为一个疗程；或遵医嘱。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 每丸重25mg；薄膜衣滴丸每丸重27mg

【贮藏】 密封。

复方石韦片

Fufang Shiwei Pian

【处方】 石韦569g　黄芪569g

苦参569g　萹蓄569g

【制法】 以上四味，取石韦550g、黄芪531g、萹蓄550g及苦参，加水煎煮二次，第一次2小时，第二次1小时，煎液滤过，滤液合并，浓缩至适量；另取剩余的石韦、黄芪、萹蓄粉碎成细粉，与上述浓缩液和适量淀粉混匀，制成颗粒，压制成1000片，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显棕黄色至棕褐色；味苦。

【鉴别】 (1)取本品4片，除去包衣，研细，加甲醇10ml，超声处理30分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取绿原酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以醋酸为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品5片，除去包衣，研细，加70%乙醇50ml、盐酸2.5ml，加热回流3小时，滤过，滤液作为供试品溶液。另取槲皮素对照品，加乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5μl、对照品溶液1μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(5∶2∶1)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%三氯化铝乙醇溶液，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 苦参　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液(20∶80)(用三乙胺调节至pH 8.0)为流动相；检测波长为220nm。理论板数按苦参碱峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取苦参碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品10片，除去包衣，精密称定，研细，取约0.6g，精密称定，置100ml具塞锥形瓶中，加浓氨试液1.0ml，再精密加入三氯甲烷50ml，密塞，称定重量，浸泡过夜，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀，用铺有少量无水硫酸钠的滤纸滤过，精密量取续滤液10ml，蒸干，残渣用适量甲醇溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含苦参以苦参碱($C_{15}H_{24}N_2O$)计，不得少于2.0mg。

黄芪　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(35∶65)为流动相；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按黄芪甲苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品20片，除去包衣，精密称定，研细，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)45分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，蒸干，残渣加水25ml使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取5次(20ml，20ml，20ml，20ml，15ml)，合并正丁醇提取液，用氨试液洗涤2次，每次30ml，取正丁醇液，蒸干，残渣用适量甲醇溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液5μl和10μl、供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每片含黄芪以黄芪甲苷($C_{41}H_{68}O_{14}$)计，不得少于0.18mg。

【功能与主治】 清热燥湿，利尿通淋。用于下焦湿热所致的热淋，症见小便不利、尿频、尿急、尿痛、下肢浮肿；急性肾小球肾炎、肾盂肾炎、膀胱炎、尿道炎见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次5片，一日3次，■15天为一疗程，可连服两个疗程。■[修订]

【规格】 (1)薄膜衣片　每片重0.4g　(2)糖衣片(片心重0.4g)

【贮藏】 密封。

复方鱼腥草片

Fufang Yuxingcao Pian

【处方】 鱼腥草583g　黄芩150g

板蓝根150g　连翘58g

金银花58g

【制法】 以上五味，取鱼腥草200g，与连翘、金银花粉碎成细粉，剩余的鱼腥草与黄芩、板蓝根加水煎煮二次，每次2小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩成稠膏，加入上述细粉，混匀，干燥，粉碎成细粉，制成颗粒，干燥，压制成1000片，包糖衣■或薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订]，除去■包■[修订]衣后显棕褐色；味微涩。

【鉴别】 (1)取本品25片，除去■包■[修订]衣，研细，加乙醚20ml，浸渍24小时，滤过，药渣用乙醚洗涤2次，每次10ml，滤过，药渣备用；滤液低温挥干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取鱼腥草对照药材5g，加乙醚30ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-乙酸乙酯(17：3)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

(2)取〔鉴别〕(1)项下乙醚提取后的药渣，挥尽乙醚，加乙醇30ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣用适量水溶解，通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.5cm，柱高为12cm)，用水100ml洗脱，弃去洗脱液，再用30%乙醇50ml洗脱，收集洗脱液，备用；继用70%乙醇60ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取连翘苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-甲酸(9：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的30%乙醇洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取绿原酸对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2～5μl，分别点于同一以羧甲基纤维素钠为黏合剂的硅胶H薄层板上，以乙酸丁酯-甲酸-水(14：5：5)的上层溶液为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-磷酸(45：55：0.2)为流动相；检测波长为315nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品20片，除去■包■[修订]衣，精密称定，研细，取0.5g，置100ml量瓶中，加70%乙醇60ml，超声处理(功率250W，频率33kHz)30分钟，放冷，加70%乙醇至刻度，摇匀，离心，取上清液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计，不得少于2.7mg。

【功能与主治】 清热解毒。用于外感风热所致的急喉痹、急乳蛾，症见咽部红肿、咽痛；急性咽炎、急性扁桃体炎见上述证候者。

■【规格】 薄膜衣片每片重0.35g■[增订]

【用法与用量】 口服。一次4～6片，一日3次。

【贮藏】 密封。

复方鲜竹沥液

Fufang Xianzhuli Ye

【处方】 鲜竹沥400ml　　鱼腥草150g
生半夏25g　　生姜25g
枇杷叶150g　　桔梗75g
薄荷素油1ml

【制法】 以上七味，生姜压榨取汁，加乙醇使含醇量达65%，搅拌，放置24小时，取上清液，滤过，滤液回收乙醇，备用；鱼腥草加水蒸馏，收集蒸馏液150ml，备用；生姜和鱼腥草的药渣与生半夏、枇杷叶、桔梗加水煎煮二次，第一次1.5小时，第二次1小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩至约420ml，放冷，加乙醇使含醇量达65%，搅拌，放置24小时，取上清液，滤过，滤液回收乙醇至无醇味，加鲜竹沥、蔗糖150g■或甜菊素3g■[增订]，加热煮沸20分钟，趁热滤过，滤液放冷，加入生姜汁、鱼腥草蒸馏液、薄荷素油和苯甲酸钠3g，搅匀，加水至1000ml，混匀，即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕色的液体；气香，味甜。

【鉴别】 (1)取本品20ml，用氨试液调节pH值至11～12，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次30ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取鱼腥草对照药材0.5g，加水50ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至约20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-98%甲酸(8：3：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光主斑点。

(2)取本品30ml，用水饱和的正丁醇60ml振摇提取，正丁醇液用氨试液洗涤2次，每次60ml，正丁醇液蒸干，残渣加无水乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取枇杷叶对照药材1g，加水60ml，煎煮30分钟，滤过，滤液浓缩至约30ml，同

法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5～10μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13:7:2)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液-无水乙醇(1:9)的混合溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

(3)取本品20ml,用水饱和的正丁醇振摇提取2次,每次20ml,合并正丁醇提取液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取桔梗对照药材0.5g,加甲醇10ml,超声处理15分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-甲酸(16:10:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

【检查】 **相对密度** 应不低于1.05■或应不低于1.01(无蔗糖)■[增订](附录Ⅶ A)。

pH值 应为4.8～6.0(附录Ⅶ G)。

其他 应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【功能与主治】 清热化痰,止咳。用于痰热咳嗽,痰黄黏稠。

【用法与用量】 口服。一次20ml,一日2～3次。

【规格】 每瓶装 (1)10ml (2)20ml (3)30ml (4)100ml (5)120ml ■(6)20ml(无蔗糖)■[增订]

【贮藏】 密封。

保妇康栓

Baofukang Shuan

【处方】 莪术油 82g　　冰片 75g

【制法】 以上二味,加入适量乙醇中,搅拌使溶解。另取硬脂酸聚烃氧(40)酯1235g和聚乙二醇4000 200g,加热使熔化,加入聚乙二醇400 120g和月桂氮䓬酮17.5g,搅匀,加入上述药液,搅匀,灌入栓剂模中,冷却后取出,制成1000粒,即得。

【性状】 本品呈乳白色、乳黄色或棕黄色的子弹形。

【鉴别】 取本品1粒,加适量的水,置水浴上加热使熔化,放冷,加石油醚(30～60℃)15ml,超声处理20分钟,分取石油醚层,浓缩至约1ml,作为供试品溶液。另取莪术对照药材1g,加石油醚(30～60℃)15ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5～10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的两个粉红色斑点。

【检查】 应符合栓剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ W)。

【含量测定】 **莪术油** 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 聚乙二醇20000(PEG-20M)毛细管柱(柱长为30m,柱内径为0.32mm,膜厚度为0.25μm);柱温为程序升温,初始温度为140℃,保持35分钟,以每分钟10℃的速率升温至200℃,保持3分钟。理论板数按莪术二酮峰计算应不低于10 000。

对照品溶液的制备 取莪术二酮对照品适量,精密称定,加乙酸乙酯制成每1ml含2.4mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品5粒,置1000ml圆底烧瓶中,加水300ml与玻璃珠数粒,照挥发油测定法(附录Ⅹ D)试验,加乙酸乙酯3ml,加热至沸腾并保持微沸5小时,放冷,分取乙酸乙酯液,测定器用乙酸乙酯洗涤3次,每次5ml,合并乙酸乙酯液,通过铺有无水硫酸钠的漏斗,转移至25ml量瓶中,用少量乙酸乙酯洗涤漏斗,洗液并入同一量瓶中,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl,注入气相色谱仪,测定,即得。

本品每粒含莪术油以莪术二酮($C_{15}H_{24}O_2$)计,不得少于5.0mg。

冰片 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以聚乙二醇20000(PEG-20M)为固定相,涂布浓度为10%;柱温为130℃。理论板数按萘峰计算应不低于3000。

校正因子测定 取萘适量,精密称定,加乙酸乙酯制成每1ml含20mg的溶液,作为内标溶液。另取冰片对照品75mg,精密称定,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,吸取1μl,注入气相色谱仪,测定,计算校正因子。

测定法 精密量取莪术油含量测定项下的供试品溶液5ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,吸取1μl,注入气相色谱仪,测定,以龙脑、异龙脑峰面积之和计算,即得。

本品每粒含冰片($C_{10}H_{18}O$)应为60.0～90.0mg。

【功能与主治】 行气破瘀,生肌止痛。用于湿热瘀滞所致的带下病,症见带下量多、色黄、时有阴部瘙痒;霉菌性阴道炎、老年性阴道炎、宫颈糜烂见上述证候者。

【用法与用量】 洗净外阴部,将栓剂塞入阴道深部;或在医生指导下用药。每晚1粒。

■**【注意】** 妊娠12周内禁用。妊娠13周以后及哺乳期妇女在医生指导下用药。■[增订]

【规格】 每粒重1.74g

【贮藏】 密闭,避光,在30℃以下保存。

保 和 丸

Baohe Wan

【处方】 焦山楂 300g　六神曲(炒)100g
半夏(制)100g　茯苓 100g
陈皮 50g　连翘 50g
炒莱菔子 50g　炒麦芽 50g

【制法】 以上八味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每 100g 粉末加炼蜜 125～155g 制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕色至褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;气微香,味微酸、涩、甜。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛试液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径 4～6μm(茯苓)。果皮石细胞淡紫红色、红色或黄棕色,类圆形或多角形,直径约 125μm(焦山楂)。草酸钙针晶成束,长 32～144μm,存在于黏液细胞中或散在(半夏)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(陈皮)。内果皮纤维上下层纵横交错,纤维短梭形(连翘)。表皮细胞纵列,由 1 个长细胞与 2 个短细胞相间连接,长细胞壁厚,波状弯曲,木化(炒麦芽)。种皮碎片黄色或棕红色,细胞小,多角形,壁厚(炒莱菔子)。

(2)取本品 30g,剪碎,加水 80ml,加热回流 1 小时,趁热用纱布滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 20ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 2ml 使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取连翘对照药材 1g,加水 20ml,加热回流 1 小时,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇 20ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以三氯甲烷-甲醇(20:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以醋酐-硫酸(20:1)的混合溶液,在 105℃加热 10 分钟,放冷,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品 10g,剪碎,加硅藻土 10g,研匀,置索氏提取器中,加石油醚(30～60℃)50ml,加热回流 1 小时,弃去石油醚,加甲醇 40ml,加热回流 30 分钟,提取液置水浴上蒸干,残渣加甲醇 10ml 使溶解,滤过,滤液作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品,加甲醇制成饱和溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 2μl,分别点于同一用 0.5%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲醇-水(100:17:13)为展开剂,展开,展距 3cm,取出,晾干;再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20:10:1:1)的上层溶液为展开剂,展开,展距 8cm,取出,晾干,喷以 1%三氯化铝甲醇溶液,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-醋酸-水(42:4:54)为流动相;柱温为 40℃;检测波长为 283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取橙皮苷对照品约 10mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,用甲醇溶解(必要时超声处理)并稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml,置 10ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得(每 1ml 含橙皮苷 40μg)。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,剪碎,混匀,取约 5g,精密称定,加硅藻土适量,研匀,置索氏提取器中,加石油醚(60～90℃)80ml,加热回流 2～3 小时,弃去石油醚,药渣挥干,加甲醇 80ml,加热回流至提取液无色,放冷,滤过,滤液置 100ml 量瓶中,用少量甲醇分次洗涤容器,洗液滤入同一量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,精密量取 5ml,置 10ml 量瓶中,加流动相至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

■本品含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计,小蜜丸每 1g 不得少于 0.78mg,■[增订]大蜜丸每丸不得少于 7.0mg。

【功能与主治】 消食,导滞,和胃。用于食积停滞,脘腹胀满,嗳腐吞酸,不欲饮食。

■【用法与用量】 口服。小蜜丸一次 9～18g,大蜜丸一次 1～2 丸,一日 2 次;小儿酌减。■[增订]

■【规格】 (1)小蜜丸 每 100 丸重 20g (2)大蜜丸 每丸重 9g■[增订]

【贮藏】 密封。

保 胎 丸

Baotai Wan

【处方】 熟地黄 125g　醋艾炭 200g
荆芥穗 50g　平贝母 100g
槲寄生 150g　菟丝子(酒炙)200g
黄芪 200g　炒白术 200g
麸炒枳壳 150g　砂仁 125g
黄芩 100g　姜厚朴 50g
甘草 25g　川芎 150g
白芍 200g　羌活 25g
当归 200g

【制法】 以上十七味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每 100g 粉末加炼蜜 100～120g 制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕褐色至黑褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;味甘、微辛。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:石细胞分枝状,

壁厚,层纹明显(姜厚朴)。花萼表皮细胞淡黄色,垂周壁波状弯曲;非腺毛1～6细胞,大多具壁疣(荆芥穗)。内种皮厚壁细胞黄棕色或红棕色,表面观多角形,壁厚,胞腔内含硅质块(砂仁)。种皮栅状细胞2列,内列较外列长,具光辉带(菟丝子)。果皮表皮细胞表面观多角形、类方形或长方形,草酸钙方晶成片存在于薄壁细胞中(麸炒枳壳)。

(2)取本品18g,剪碎,加乙醚80ml,超声处理15分钟,滤过,取药渣,挥去溶剂,加甲醇80ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次20ml,合并正丁醇液,用正丁醇饱和的氨试液洗涤2次,每次50ml,弃去洗液,再用水20ml洗涤,弃去水液,正丁醇液蒸干,残渣加40%甲醇10ml使溶解,加在中性氧化铝柱(100目,5g,内径为1.5cm),用40%乙醇150ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芪对照药材0.5g,同法制成对照药材溶液。再取黄芪甲苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(13∶6∶1)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,再喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰,分别在日光和紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,日光下显相同颜色的斑点;紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品9g,剪碎,加乙醚30ml,超声处理10分钟,滤过,药渣挥去乙醚,加甲醇30ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水15ml微热使溶解,用盐酸调节pH值至1～2,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次20ml,合并乙酸乙酯液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液3～6μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5∶3∶1∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以2%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(4)取本品18g,剪碎,加乙醚80ml,超声处理30分钟,滤过,药渣挥干溶剂,加浓氨试液约1ml使湿润,加三氯甲烷40ml,超声处理30分钟,滤过,滤液挥去溶剂,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取川芎对照药材、当归对照药材各0.5 g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-水(4∶2∶1∶1∶0.2)为展开剂,置氨蒸气饱和的展开缸中,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(12∶88)为流动相;检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量,精密称定,加稀乙醇制成每1ml含50μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,剪碎,取5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加乙醚100ml,加热回流提取2小时,滤过,弃去乙醚液,滤纸连同药渣挥尽乙醚,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇100ml,密塞,称定重量,加热回流提取2小时,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,离心15分钟(转速为每分钟3000转),精密量取上清液50ml,蒸干,残渣用适量水溶解,通过D101型大孔吸附树脂柱(内径为1.5cm,柱高为12cm),用水洗至洗脱液无色,弃去水洗脱液,继用稀乙醇100ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣用适量甲醇溶解,转移至25ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

■本品含白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计,小蜜丸每1g不得少于0.51mg,大蜜丸每丸不得少于4.6mg。■[修订]

【功能与主治】 益气养血,补肾安胎。用于气血不足、肾气不固所致的胎漏、胎动不安,症见小腹坠痛,或见阴道少量出血,或屡经流产,伴神疲乏力、腰膝痠软。

■**【用法与用量】** 口服。小蜜丸一次9g,大蜜丸一次1丸,一日2次。■[修订]

■**【规格】** (1)小蜜丸 每100g重20g (2)大蜜丸 每丸重9g■[修订]

【贮藏】 密封。

穿龙骨刺片

Chuanlong Guci Pian

【处方】 穿山龙 270g　　淫羊藿 324g

狗脊 432g　　川牛膝 432g

熟地黄 270g　　枸杞子 162g

【制法】 以上六味,穿山龙粉碎,取180g细粉备用;剩余穿山龙粉用70%乙醇作溶剂,进行渗漉,收集渗漉液600ml,回收乙醇并浓缩至相对密度为1.20～1.25(70℃);其余淫羊藿等五味加水煎煮三次,合并煎液,滤过,滤液浓缩至相对密度为1.20～1.25(70℃),与穿山龙提取物合并,浓缩至适量,与穿山龙细粉混匀,制成颗粒,干燥,压制成1000片■,或包薄膜衣■[增订],即得。

【性状】 本品为棕黄色至棕褐色的片■或薄膜衣片,除去包衣后显棕黄色至棕褐色■[增订];味微苦。

【鉴别】 (1)取本品10片,研细,加甲醇30ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用水饱

和的正丁醇提取2次，每次25ml，合并正丁醇液，用2%碳酸氢钠溶液洗涤2次，每次20ml，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取淫羊藿苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(10：1：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以三氯化铝试液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品15片，研细，加热水30ml使溶解(必要时可温浸1小时使溶解)，放冷，离心，取上清液，用乙酸乙酯振摇提取2次，每次25ml，合并乙酸乙酯液，蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取枸杞子对照药材0.5g，加水适量，煎煮30分钟，放冷，滤过，取滤液，自"用乙酸乙酯振摇提取2次"起，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(3：2：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品3片，研细，加甲醇50ml，加热回流提取1小时，滤过，滤液浓缩至约5ml，加入中性氧化铝(100～200目)10g，拌匀，蒸干，置层析柱上，用甲醇-乙酸乙酯(1：1)40ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取川牛膝对照药材1g，加甲醇25ml，加热回流提取1小时，滤过，滤液浓缩至约2ml，加入中性氧化铝(100～200目)1g，同法制成对照药材溶液。再取杯苋甾酮对照品，加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10～20μl、对照药材溶液和对照品溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(8：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(90：10)为流动相；检测波长为203nm。理论板数按薯蓣皂苷元峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取薯蓣皂苷元对照品适量，精密称定，加流动相制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，■薄膜衣片除去包衣，精密称定，■[增订]研细，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，置具塞锥形瓶中，蒸干，残渣加3mol/L盐酸溶液20ml使溶解，加热回流1小时，取出，放冷，用三氯甲烷振摇提取4次，每次25ml，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣加流动相使溶解并转移至25ml量瓶中，加流动相至刻度，摇匀，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl，供试品溶液10～20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含穿山龙以薯蓣皂苷元($C_{27}H_{42}O_3$)计，不得少于1.0mg。

【功能与主治】 补肾健骨，活血止痛。用于肾虚血瘀所致的骨性关节炎，症见关节疼痛。

【用法与用量】 口服。一次6～8片，一日3次。

【注意】 孕妇慎用；服药期间遇有感冒发烧、腹泻者应暂停服用。

【规格】 ■(1)素片■[修订]　每片重0.5g　■(2)薄膜衣片　每片重0.5g■[增订]

【贮藏】 密封。

柴胡舒肝丸

Chaihu Shugan Wan

【处方】

茯苓 100g	麸炒枳壳 50g
豆蔻 40g	酒白芍 50g
甘草 50g	醋香附 75g
陈皮 50g	桔梗 50g
姜厚朴 50g	炒山楂 50g
防风 50g	六神曲(炒)50g
柴胡 75g	黄芩 50g
薄荷 50g	紫苏梗 75g
木香 25g	炒槟榔 75g
醋三棱 50g	酒大黄 50g
青皮(炒)50g	当归 50g
姜半夏 75g	乌药 50g
醋莪术 50g	

【制法】 以上二十五味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末加炼蜜180～190g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黑褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；味甜而苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：草酸钙簇晶大，直径60～140μm(酒大黄)。不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛试液溶化；菌丝无色或淡棕色，直径4～6μm(茯苓)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(甘草)。韧皮纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细(黄芩)。内胚乳细胞碎片无色，壁较厚，有较多大的类圆形纹孔(炒槟榔)。

(2)取本品■20g■(修订)，剪碎，加硅藻土8g，研匀，加乙醚50ml，低温回流1小时，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml

使溶解,作为供试品溶液。另取木香对照药材0.5g,加乙醚10ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5~10μl、对照药材溶液1μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-丙酮(10:3)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的蓝色斑点。

(3)取本品■20g■(修订),剪碎,加硅藻土8g,研匀,加甲醇40ml,浸渍1小时,超声处理15分钟,滤过,取滤液5ml,蒸干,残渣用水10ml溶解,加盐酸1ml,置水浴中加热30分钟,立即冷却,用乙醚振摇提取2次,每次20ml,合并乙醚提取液,挥干,残渣用乙酸乙酯1ml溶解,静置,取上清液作为供试品溶液。另取大黄素对照品、大黄酚对照品,加甲醇制成每1ml各含0.5mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-甲酸(15:5:2)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品■30g■(修订),剪碎,加乙醇60ml,加热回流30分钟,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣用水20ml溶解,用乙醚振摇提取3次,每次20ml,分取水溶液,挥去残留乙醚,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次20ml,合并正丁醇提取液,加入等体积的氨试液,振摇,弃去洗涤液,正丁醇液用正丁醇饱和的水洗涤3次,每次20ml,正丁醇液蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取5-*O*-甲基维斯阿米醇苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-冰醋酸(7:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,挥干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **水分** 不得过15.0%(附录Ⅸ H第二法)。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈为流动相A,以0.05%磷酸溶液为流动相B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为294nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~20	22	78
20~40	22→60	78→40
40~60	60	40

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品、厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品适量,精密称定,加70%甲醇制成每1ml含黄芩苷40μg、厚朴酚与和厚朴酚各10μg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,剪碎,混匀,取约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%乙醇25ml,密塞,称定重量,浸泡过夜,振摇使溶散,超声处理(功率180W,频率35kHz)50分钟,放冷,再称定重量,用70%乙醇溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各20μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

■本品含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计,小蜜丸每1g不得少于0.90mg,大蜜丸每丸不得少于9.0mg;含厚朴以厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)与和厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)的总量计,小蜜丸每1g不得少于0.20mg,大蜜丸每丸不得少于2.0mg。■[修订]

【功能与主治】 舒肝理气,消胀止痛。用于肝气不舒,胸胁痞闷,食滞不清,呕吐酸水。

■**【用法与用量】** 口服。小蜜丸一次10g,大蜜丸■[增订]一次1丸,一日2次。■[修订]

■**【规格】** (1)小蜜丸 每100丸重20g (2)大蜜丸每丸重10g■[修订]

【贮藏】 密封。

逍遥丸■(大蜜丸)■[删除]

Xiaoyao Wan

【处方】 柴胡100g 当归100g
白芍100g 炒白术100g
茯苓100g 炙甘草80g
薄荷20g

【制法】 以上七味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每100g粉末加炼蜜135~145g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;味甜。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛试液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4~6μm(茯苓)。草酸钙簇晶直径18~32μm,存在于薄壁细胞中,常排列成行,或一个细胞中含数个簇晶(白芍)。草酸钙针晶细小,长10~32μm,不规则地充塞于薄壁细胞中(炒白术)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(炙甘草)。油管含黄色或棕黄色分泌物,直径8~25μm(柴胡)。

(2)取本品2g,剪碎,加乙醇15ml,放置1小时,时时振摇,滤过,滤液蒸干,残渣加丙酮1ml使溶解,作为供试品溶液。另取当归对照药材0.1g,加乙醇10ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品18g,加硅藻土10g,研匀,加乙醇60ml,超声

处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水 30ml 使溶解，用乙醚振摇提取 2 次，每次 10ml，弃去乙醚液，用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 30ml，合并正丁醇液，用正丁醇饱和的水洗涤 3 次，每次 20ml，弃去水洗液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取甘草对照药材 1g，加乙醇 20ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各 3μl，分别点于同一用 1%氢氧化钠溶液制备的硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸-冰醋酸-水（15：1：1：2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 10%硫酸乙醇溶液，在 105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（4）取〔鉴别〕（3）项下剩余的供试品溶液，加少量中性氧化铝，置水浴上拌匀、干燥，加在中性氧化铝柱（200 目，2g，内径为 1cm）上，用乙酸乙酯-甲醇（1：1）的混合溶液 40ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加乙醇 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加乙醇制成每 1ml 含 2mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 15μl、对照品溶液 3μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸（40：5：10：0.2）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.1%磷酸溶液（15：85）为流动相，检测波长为 230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于 2000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每 1ml 含 50μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，剪碎，混匀，取约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 33kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含白芍以芍药苷（$C_{23}H_{28}O_{11}$）计，■小蜜丸每 1g 不得少于 0.7mg；大蜜丸每丸■[增订]不得少于 6.3mg。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【功能与主治】 疏肝健脾，养血调经。用于肝郁脾虚所致的郁闷不舒、胸胁胀痛、头晕目眩、食欲减退、月经不调。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次 9g，大蜜丸■[增订]一次 1 丸，一日 2 次。

【规格】 ■（1）小蜜丸　每 100 丸重 20g　（2）大蜜丸　每丸重 9g■[增订]

【贮藏】 密封。

益母丸

Yimu Wan

【处方】 益母草 480g　　当归 240g
川芎 120g　　木香 45g

【制法】 以上四味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每 100g 粉末加炼蜜 200～220g 制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为棕褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；气香，味苦、微甜。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：非腺毛 1～3 细胞，稍弯曲，壁有疣状突起（益母草）。薄壁细胞纺锤形，壁略厚，有极微细的斜向交错纹理（当归）。螺纹导管直径 14～50μm，增厚壁互相连结，似网状螺纹导管（川芎）。木纤维成束，长梭形，直径16～24μm，壁稍厚，纹孔横裂缝状，十字形或人字状（木香）。

（2）取本品 9g，剪碎，加硅藻土 4.5g，研匀，加乙醚 50ml，加热回流 1 小时，放冷，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加乙酸乙酯 1ml 使溶解，作为供试品溶液。另取川芎对照药材 1g、当归对照药材 0.5g，分别加乙醚 30ml，同法制备对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述三种溶液各 10μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯（9：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品 9g，剪碎，加硅藻土 4.5g，研匀，加三氯甲烷 50ml，超声处理 30 分钟，滤过，滤液回收溶剂至干，残渣加三氯甲烷 2ml 使溶解，作为供试品溶液。另取木香烃内酯对照品、去氢木香内酯对照品，分别加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液 5～10μl、对照品溶液 5μl，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以环己烷-丙酮（10：3）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以 2%香草醛的 10%硫酸乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 强阳离子交换（SCX）色谱柱；以 15mmol/L 磷酸二氢钾溶液（含 0.04%三乙胺和 0.15%磷酸）为流动相；检测波长为 192nm。理论板数按盐酸水苏碱峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取盐酸水苏碱对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 80μg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，剪碎，混匀，取约 9g，精密称定，取硅藻土 9g，精密称定，递增法研匀，

取约1/2量，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入乙醇50ml，称定重量，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液25ml，加在氧化铝-活性炭低压层析柱(将100～200目的中性氧化铝7.5g与层析用活性炭2.5g混匀，干法装柱；柱内径为2.5cm，带G4筛板)上，以乙醇100ml减压洗脱，收集洗脱液，回收溶剂至干，残渣用流动相溶解，转移至10ml量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每丸含益母草以盐酸水苏碱($C_7H_{13}NO_2 \cdot HCl$)计，不得少于3.5mg。

【功能与主治】　行气活血，调经止痛。用于气滞血瘀所致的月经量少、错后、有血块、小腹疼痛、经行痛减、产后恶露不净。

【用法与用量】　口服。■小蜜丸一次9g(45丸)，大蜜丸■[增订]一次1丸，一日2次。

【注意】　孕妇及月经过多者禁用。

【规格】　■小蜜丸每100丸重20g；大蜜丸■[增订]每丸重9g

【贮藏】　密封。

益母草颗粒

Yimucao Keli

【处方】　益母草1350g

【制法】　取益母草，切碎，加水煎煮3小时，煎液滤过，滤液浓缩至相对密度为1.04(90～95℃)，静置，取上清液，浓缩至相对密度为1.36～1.38(83℃)，加蔗糖粉600g和适量的糊精，混匀，制成颗粒，干燥，制成1000g；■或加入甜菊素和适量的糊精，混匀，制颗粒，干燥，制成333g[规格(2)]■[增订]，即得。

【性状】　本品为棕黄色至棕褐色的颗粒；味甜、微苦。

【鉴别】　本品〔含量测定〕所得薄层色谱中，供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】　应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ C)。

【含量测定】　取装量差异项下的本品，混匀，取适量，研细，取约6g■或2g(无蔗糖)■[增订]，精密称定，加沸水10ml使溶解，用稀盐酸调节pH值至1～2，通过732钠型阳离子交换树脂柱(内径为2cm，柱高为15cm)，用水洗脱至洗脱液无色，弃去洗脱液，再用氨溶液(2→13)250ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣用70%乙醇溶解并转移至10ml量瓶中，加70%乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取盐酸水苏碱对照品适量，精密称定，加70%乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，精密吸取供试品溶液8μl、对照品溶液2μl与8μl，分别交叉点于同一硅胶G薄层板上，以丙酮-无水乙醇-盐酸(10：6：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在105℃加热15分钟使薄层板上残留盐酸完全挥尽，放冷，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃烘干，喷以稀碘化铋钾试液-1%三氯化铁乙醇溶液(10：1)混合溶液至斑点显色清晰，晾干，在薄层板上覆盖同样大小的玻璃板，周围用胶布固定，照薄层色谱法(附录Ⅵ B薄层色谱扫描法)进行扫描，波长λ_S=527nm，测量供试品吸光度积分值与对照品吸光度积分值，计算，即得。

本品每袋含盐酸水苏碱($C_7H_{13}NO_2 \cdot HCl$)不得少于27.0mg。

【功能与主治】　活血调经。用于血瘀所致的月经不调、产后恶露不绝，症见经水量少、淋漓不净、产后出血时间过长；产后子宫复旧不全见上述证候者。

【用法与用量】　开水冲服。一次15g■或5g(无蔗糖)■[增订]，一日2次。

【注意】　孕妇禁用。

【规格】　(1)每袋装15g　■(2)每袋装5g(无蔗糖)■[增订]

【贮藏】　密封。

通脉养心丸

Tongmai Yangxin Wan

【处方】

地黄100g	鸡血藤100g
麦冬60g	甘草60g
制何首乌60g	阿胶60g
五味子60g	党参60g
醋龟甲40g	大枣40g
桂枝20g	

【制法】　以上十一味，地黄、麦冬、甘草、制何首乌、阿胶、桂枝粉碎成细粉；其余鸡血藤等五味加水煎煮二次，每次3小时，滤过，滤液合并，滤液浓缩成稠膏，加入上述细粉，搅匀，■干燥，粉碎成细粉，过筛，用水■[删除]制丸，外层加滑石粉适量，干燥，制成450g，包糖衣或薄膜衣，即得。

【性状】　本品为包糖衣或包薄膜衣的浓缩水丸，除去包衣后显棕褐色；味甘、苦。

【鉴别】　(1)取本品，置显微镜下观察：薄壁组织灰棕色至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物(地黄)。草酸钙簇晶直径约至80μm(制何首乌)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(甘草)。草酸钙针晶成束或散在，长24～50μm，直径约3μm(麦冬)。射线细胞径向纵断面呈类方形或长方形，壁连珠状增厚，常与木纤维连结(桂枝)。

(2)取本品2g，研细，加乙醇50ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取制何首乌对照药材0.25g，加乙醇25ml，同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品，加三氯甲烷制成每1ml含0.5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液5～10μl、对照药材及对照品溶液各5μl，分别

点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-甲酸(15：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点；置氨蒸气中熏后，斑点变为红色。

(3)取本品3.5g，研细，取适量加三氯甲烷50ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷1ml使溶解，作为供试品溶液。另取五味子对照药材1g，加三氯甲烷20ml，同法制成对照药材溶液。另取五味子醇甲对照品，加三氯甲烷制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲醇(6：3：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水-冰醋酸(42：58：2)为流动相；检测波长为254nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于8000。

对照品溶液的制备 取甘草酸铵对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得(折合成甘草酸为0.097 95mg)。

供试品溶液的制备 取本品适量，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率为200W，频率为40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含甘草以甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)计，不得少于1.8mg。

【功能与主治】 益气养阴，通脉止痛。用于冠心病心绞痛及心律不齐之气阴两虚证，症见胸痛、胸闷、心悸、气短、脉结代。

【用法与用量】 口服。一次40丸，一日1～2次。

【规格】 每10丸重1g

【贮藏】 密封。

黄连羊肝丸

Huanglian Yanggan Wan

【处方】

黄连 20g	胡黄连 40g
黄芩 40g	黄柏 20g
龙胆 20g	柴胡 40g
醋青皮 40g	木贼 40g
密蒙花 40g	茺蔚子 40g
炒决明子 40g	石决明(煅)40g
夜明砂 40g	鲜羊肝 160g

【制法】 以上十四味，将鲜羊肝切碎、蒸熟、干燥，与其余黄连等十三味混匀，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末加炼蜜120～150g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黑褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；味苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：纤维束鲜黄色，壁稍厚，纹孔明显(黄连)。韧皮纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细(黄芩)。纤维束鲜黄色，周围细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维，含晶细胞壁木化增厚(黄柏)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(醋青皮)。种皮栅状细胞1列，长40～72μm，其下数列细胞含草酸钙簇晶及方晶(炒决明子)。油管含黄色或棕黄色分泌物(柴胡)。不规则团块暗灰色，不透明，加酸产生气泡(石决明)。

(2)取黄连对照药材0.02g，加盐酸-甲醇(1：100)混合溶液10ml，超声处理15分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔含量测定〕项下的供试品溶液4μl、对照药材溶液2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以苯-异丙醇-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液(12：3：6：3：1)为展开剂，另槽加入等体积的浓氨试液，预饱和15分钟后，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品5g，剪碎，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸至近干，加水30ml，用稀盐酸调pH值至1～2，用乙酸乙酯25ml振摇提取，分取乙酸乙酯层，蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取胡黄连对照药材1.5g，加甲醇20ml，超声处理20分钟，滤过，滤液蒸干，加甲醇3ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-乙酸乙酯-甲酸(5：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液-乙醇(1：6)的混合溶液，在100℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

(4)取黄芩苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液与上述对照品溶液各3～5μl，分别点于同一以含1%氢氧化钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5：3：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取〔鉴别〕(3)项下的供试品溶液1ml，加甲醇1ml，摇匀，等量稀释，作为供试品溶液。另取密蒙花对照药材0.5g，剪碎，加甲醇5ml，浸渍20分钟，超声处理10分钟，取上清液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯-甲酸(20：1：0.1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的主斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取重量差异项下的本品，剪碎，混匀，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加盐酸-甲醇(1∶100)混合溶液25ml，密塞，称定重量，摇匀，浸泡过夜，超声处理(功率250W，频率50kHz)40分钟，放冷，再称定重量，用盐酸-甲醇(1∶100)混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加盐酸-甲醇(1∶100)混合溶液制成每1ml含20μg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，精密吸取供试品溶液2～4μl、对照品溶液2μl与4μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以苯-乙酸乙酯-甲醇-异丙醇-浓氨试液(12∶6∶3∶3∶1)为展开剂，另槽加入等体积的浓氨试液，预饱和15分钟，展开，取出，晾干，照薄层色谱法(附录Ⅵ B薄层色谱扫描法)进行荧光扫描，激发波长：λ=338nm，测量供试品吸光度积分值与对照品吸光度积分值，计算，即得。

本品含黄连、黄柏以盐酸小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$)计，■小蜜丸每1g不得少于0.7mg，大蜜丸每丸■[增订]不得少于6.3mg。

【功能与主治】 泻火明目。用于肝火旺盛，目赤肿痛，视物昏暗，羞明流泪，胬肉攀睛。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次9g(18丸)，大蜜丸■[增订]一次1丸，一日1～2次。

【规格】 ■(1)小蜜丸每100丸重20g　(2)大蜜丸■[增订]每丸重9g

【贮藏】 密封。

黄藤素片

Huangtengsu Pian

【处方】 黄藤素■300■[修订]g

【制法】 取黄藤素，加适量辅料制成软材，制颗粒，干燥，压成■3000■[修订]片■(小片)■[增订]，即得■；或压成1000片(大片)或3000片(小片)，包薄膜衣，即得■[增订]。

【性状】 本品为■素片或薄膜衣片，素片或薄膜衣片除去包衣后显黄色■[修订]；味苦。

【鉴别】 (1)取本品粉末适量(约相当于黄藤素50mg)，加乙醇10ml，搅拌使溶解，滤过，滤液蒸干，残渣加水5ml，缓缓加热使溶解，加氢氧化钠试液2滴，显橙红色，放冷，滤过，取滤液，加丙酮4滴，即出现浑浊，放置后，生成橙黄色沉淀。取上清液，加丙酮1滴，如仍出现浑浊，再加丙酮适量使沉淀完全，滤过，滤液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅳ)。

(2)取本品粉末适量(约相当于黄藤素1mg)，加乙醇10ml，搅拌使溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取盐酸巴马汀对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液(12∶6∶3∶3∶1)为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **盐酸小檗碱**　取本品粉末适量(约相当于黄藤素5mg)，加乙醇10ml，搅拌使溶解，滤过，滤液作为供试品溶液。另取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液(12∶6∶3∶3∶1)为展开剂，置氨蒸气饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，不得显相同颜色的荧光斑点。

■**崩解时限**　取本品，依法(附录Ⅻ A)检查，应在15分钟之内全部崩解。■[删除]

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.4%磷酸溶液(32∶68)为流动相；柱温为40℃；检测波长为345nm。理论板数按盐酸巴马汀峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取盐酸巴马汀对照品适量，精密称定，加1%盐酸甲醇溶液制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品20片，称定重量，研细，取粉末适量(约相当于黄藤素100mg)，精密称定，置100ml量瓶中，加入1%盐酸甲醇溶液适量，超声处理(功率300W，频率50kHz)30分钟，放冷，加1%盐酸甲醇溶液至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液1ml置25ml量瓶中，加1%盐酸甲醇溶液至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含黄藤素以盐酸巴马汀($C_{21}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)计，应为标示量的90.0%～110.0%。

【功能与主治】 清热解毒。用于妇科炎症，菌痢，肠炎，呼吸道及泌尿道感染，外科感染，眼结膜炎。

【用法与用量】 口服。■大片一次1片，小片2～4片，一日3次。■[修订]

【规格】 ■(1)每片含黄藤素0.3g(大片)　(2)■[增订]每片含黄藤素0.1g■(小片)■[增订]

【贮藏】 密封。

银杏叶胶囊

Yinxingye Jiaonang

【处方】 银杏叶提取物40g

■【制法】 取银杏叶提取物，加辅料适量，混合均匀或制成颗粒，装入胶囊，制成1000粒或者500粒，即得。■[修订]

■【性状】 本品为硬胶囊，内容物为浅棕黄色至棕褐色的粉末或颗粒和粉末；味微苦。■[修订]

■【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于含总黄酮醇苷48mg)，研细，加正丁醇15ml，置水浴中温浸15分钟并时时振摇，放冷，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取银杏叶对照提取物0.2g，加正丁醇15ml，同法制成对照提取物溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各3μl，分别点于同一以含4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5∶3∶1∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以3%三氯化铝乙醇溶液，分别在日光和紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照提取物色谱相应的位置上，日光下显相同颜色的斑点；紫外光下显相同颜色的荧光斑点。

(2)取萜类内酯含量测定项下的供试品溶液和对照品溶液分别作为供试品溶液和对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各15μl，分别点于同一以含4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-丙酮-甲醇(10∶5∶5∶0.6)为展开剂，在15℃以下展开，取出，晾干，用醋酐蒸气熏15分钟，在140～160℃加热30分钟，放冷，在紫外光(365nm)下检视。供试品色谱中，在与白果内酯、银杏内酯A、银杏内酯B和银杏内酯C对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。■[修订]

■【检查】 **黄酮苷元峰面积比** 总黄酮醇苷含量测定项下的供试品色谱中，槲皮素峰与山柰素峰的峰面积比应为0.8～1.3。■[修订]

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **总黄酮醇苷** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.4%磷酸溶液(50∶50)为流动相；检测波长为360nm。理论板数按槲皮素峰计算应不低于2500。

■对照品溶液和对照提取物溶液的制备 分别取槲皮素对照品、山柰素对照品和异鼠李素对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含槲皮素和山柰素各30μg、异鼠李素20μg的混合溶液，作为对照品溶液。或取已标示槲皮素、山柰素、异鼠李素含量的银杏叶对照提取物35mg，精密称定，加甲醇-25%盐酸溶液(4∶1)的混合溶液25ml，照供试品溶液的制备方法，自“置水浴中加热回流30分钟”起，同法制成对照提取物溶液。■[修订]

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取相当于总黄酮醇苷19.2mg的粉末，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇20ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率25kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液10ml，置100ml锥形瓶中，加甲醇10ml、25%盐酸溶液5ml，摇匀，置水浴中加热回流30分钟，迅速冷却至室温，转移至50ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液或对照提取物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，分别计算槲皮素、山柰素和异鼠李素的含量，按下式换算成总黄酮醇苷的含量。

总黄酮醇苷含量=(槲皮素含量+山柰素含量+异鼠李素含量)×2.51。

本品每粒含总黄酮醇苷规格(1)不得少于9.6mg，规格(2)不得少于19.2mg。

萜类内酯 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以正丙醇-四氢呋喃-水(1∶15∶84)为流动相；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按白果内酯峰计算应不低于2500。

■对照品溶液和对照提取物溶液的制备 分别取白果内酯对照品、银杏内酯A对照品、银杏内酯B对照品和银杏内酯C对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含白果内酯、银杏内酯A和银杏内酯B各1mg、银杏内酯C 0.5mg的混合溶液，作为对照品溶液。■[修订]或取已标示白果内酯、银杏内酯A、银杏内酯B、银杏内酯C含量的银杏叶对照提取物35mg，精密称定，■照供试品溶液的制备方法，自“置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，”起，同法制成对照提取物溶液。■[订正]

■供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，精密称定，取相当于萜类内酯19.2mg的粉末，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率25kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液20ml，回收甲醇，残渣加水10ml，置水浴中温热使溶散，加2%盐酸溶液2滴，用乙酸乙酯振摇提取4次(15ml，10ml，10ml，10ml)，合并乙酸乙酯提取液，用5%醋酸钠溶液20ml洗涤，分取醋酸钠液，用乙酸乙酯10ml振摇提取，合并乙酸乙酯提取液，用水洗涤2次，每次20ml，合并水洗液，用乙酸乙酯10ml洗涤，合并乙酸乙酯液，回收乙酸乙酯至干，残渣用适量丙酮溶解并转移至5ml量瓶中，加丙酮至刻度，摇匀，即得。■[修订]

■测定法 分别精密吸取对照品溶液或对照提取物溶液5μl和20μl、供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，测定，用外标两点法对数方程分别计算白果内酯、银杏内酯A、银杏内酯B和银杏内酯C的含量，即得。■[修订]

本品每粒含萜类内酯以白果内酯($C_{15}H_{18}O_8$)、银杏内酯A($C_{20}H_{24}O_9$)、银杏内酯B($C_{20}H_{24}O_{10}$)和银杏内酯C($C_{20}H_{24}O_{11}$)的总量计，规格(1)不得少于2.4mg，规格(2)不得少于4.8mg。

【功能与主治】 活血化瘀通络。用于瘀血阻络引起的胸

痹心痛、中风、半身不遂、舌强语謇；冠心病稳定型心绞痛、脑梗死见上述证候者。

【用法与用量】 口服。规格(1)一次2粒，规格(2)一次1粒，一日3次；或遵医嘱。

【规格】 (1)每粒含总黄酮醇苷9.6mg，萜类内酯2.4mg (2)每粒含总黄酮醇苷19.2mg，萜类内酯4.8mg

【贮藏】 密封。

麻仁滋脾丸

Maren Zipi Wan

【处方】 大黄(制)160g　火麻仁80g
当归80g　姜厚朴40g
炒苦杏仁40g　麸炒枳实40g
郁李仁40g　白芍30g

【制法】 以上八味，大黄、当归、姜厚朴、麸炒枳实、白芍分别粉碎成细粉，再与其余火麻仁等三味共同粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末加炼蜜80～100g，制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为深棕色至黑褐色的大蜜丸■或黑褐色的小蜜丸■[增订]；气微香，味苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：草酸钙簇晶大，直径60～140μm(大黄)。石细胞分枝状，壁厚，层纹明显(姜厚朴)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(麸炒枳实)。草酸钙簇晶直径18～32μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行，或一个细胞中含有数个簇晶(白芍)。

(2)取本品5g，剪碎，加硅藻土3g，研匀，加石油醚(30～60℃)30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取当归对照药材0.5g，加石油醚(30～60℃)20ml，超声处理10分钟，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯-甲醇(8：1：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取枳实对照药材1g，加石油醚(30～60℃)20ml，超声处理10分钟，滤过，滤液挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(2)项下的供试品溶液5～8μl、上述对照药材溶液5μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以环己烷-丙酮(10：3)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品10g，剪碎，加硅藻土3g，研匀，加50%甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，用石油醚(30～60℃)振摇提取2次，每次20ml，合并石油醚液，挥干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取厚朴酚对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯(3：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(5)取本品9g，剪碎，加水30ml，超声处理45分钟，离心，吸取上清液15ml，加在聚酰胺柱(80～100目，3g，内径为1cm)上，用60ml水洗脱，收集洗脱液，用正丁醇振摇提取2次，每次20ml，合并正丁醇液，用氨试液洗涤2次，每次20ml，弃去氨试液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加甲醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：10：0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.1%磷酸溶液(85：15)为流动相；检测波长为254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于1500。

对照品溶液的制备 取大黄素对照品、大黄酚对照品适量，精密称定，加乙酸乙酯-无水乙醇(1：2)混合溶液制成每1ml含大黄素10μg、大黄酚25μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品，剪碎，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇50ml，密塞，称定重量，加热回流提取1小时，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置烧瓶中，回收甲醇至干，残渣加盐酸溶液(1→10)10ml，再加三氯甲烷10ml，置水浴上加热回流提取1小时，立即冷却，移至分液漏斗中，分取三氯甲烷层，酸液再用三氯甲烷振摇提取3次，每次15ml，合并三氯甲烷液，回收至干，残渣用乙酸乙酯-无水乙醇(1：2)混合溶液溶解，转移至10ml量瓶中并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含大黄以大黄素($C_{15}H_{10}O_5$)和大黄酚($C_{15}H_{10}O_4$)的总量计，■小蜜丸每1g不得少于0.70mg，大蜜丸每丸■[增订]不得少于6.3mg。

【功能与主治】 润肠通便，消食导滞。用于胃肠积热、肠燥津伤所致的大便秘结、胸腹胀满、饮食无味、烦躁不宁、舌红少津。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次9g(45丸)，大蜜丸■[增订]一次1丸，一日2次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 ■(1)小蜜丸每100丸重20g (2)大蜜丸■[增订]每丸重9g

【贮藏】 密封,置阴凉干燥处。

羚羊清肺丸

Lingyang Qingfei Wan

【处方】

浙贝母 40g	蜜桑白皮 25g
前胡 25g	麦冬 25g
天冬 25g	天花粉 50g
地黄 50g	玄参 50g
石斛 100g	桔梗 50g
蜜枇杷叶 50g	炒苦杏仁 25g
金果榄 25g	金银花 50g
大青叶 25g	栀子 50g
黄芩 25g	板蓝根 25g
牡丹皮 25g	薄荷 25g
甘草 15g	熟大黄 25g
陈皮 30g	羚羊角粉 6g

【制法】 以上二十四味,除羚羊角粉外,其余浙贝母等二十三味,粉碎成细粉,过筛。将羚羊角粉与浙贝母等细粉配研,过筛,混匀。每100g粉末加炼蜜140～160g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为黑色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;味微苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:草酸钙簇晶大,直径60～140μm(熟大黄)。花粉粒类圆形,直径约76μm,外壁有刺状雕纹,具3个萌发孔(金银花)。韧皮纤维淡黄色,梭形,壁厚,孔沟细(黄芩)。石细胞黄棕色或无色,类长方形、类圆形或形状不规则,直径约94μm,胞腔较大(玄参)。纤维表面类圆形细胞中含细小圆形硅质块,排列成行(石斛)。种皮石细胞黄色或棕黄色,多破碎,完整者长多角形、长方形或形状不规则,壁厚,有大的圆形纹孔,胞腔棕红色(栀子)。

(2)取本品20g,剪碎,加硅藻土10g,研匀,加水饱和的正丁醇60ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,加入中性氧化铝少量,拌匀,蒸干,加在中性氧化铝柱(100～200目,3g,内径为1～1.5cm)上,以甲醇50ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取栀子苷对照品,加乙醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述供试品溶液15μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(5：5：1：1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品12g,剪碎,加硅藻土6g,研匀,加甲醇50ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,再加盐酸2ml,加热回流30分钟,立即冷却,用三氯甲烷振摇提取2次,每次25ml,合并三氯甲烷液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取大黄对照药材0.1g,加甲醇15ml,同法制成对照药材溶液。再取大黄素对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液及对照品溶液各4μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15：5：1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏2分钟。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-磷酸(20：80：0.1)为流动相;检测波长为327nm;柱温40℃。理论板数按绿原酸峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取绿原酸对照品适量,精密称定,置棕色量瓶中,加甲醇制成每1ml含30μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,剪碎,取约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇25ml,称定重量,加热回流30分钟,放冷,再称定重量,用70%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含金银花以绿原酸($C_{16}H_{18}O_9$)计,■小蜜丸每1g不得少于0.33mg,大蜜丸每丸■[增订]不得少于2.0mg。

【功能与主治】 清肺利咽,清瘟止嗽。用于肺胃热盛,感受时邪,身热头晕,四肢酸懒,咳嗽痰盛,咽喉肿痛,鼻衄咳血,口干舌燥。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次6g(30丸),大蜜丸■[增订]一次1丸,一日3次。

【规格】 ■(1)小蜜丸每100丸重20g (2)大蜜丸■[增订]每丸重6g

【贮藏】 密封。

清开灵胶囊

Qingkailing Jiaonang

【处方】

胆酸	珍珠母
猪去氧胆酸	栀子
水牛角	板蓝根
黄芩苷	金银花

【制法】 以上八味,将金银花、栀子、板蓝根分别用水煎煮,滤过,合并滤液,浓缩,减压干燥,分别研成细粉;将珍珠母

磨粉后用酸水解、水牛角磨粉后用碱水解，合并水解液，中和，浓缩，减压干燥，研成细粉。将胆酸、猪去氧胆酸、黄芩苷及适量辅料加入上述四种粉末中，混匀，装入胶囊，制成胶囊1000粒■〔规格(1)〕或500粒〔规格(2)〕■〔增订〕，即得。

【性状】 本品为硬胶囊，内容物为浅棕色至棕褐色的粉末；味苦。

【鉴别】 (1)照〔含量测定〕项下黄芩苷测定方法试验，供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

(2)取本品内容物0.6g■〔规格(1)〕或0.48g〔规格(2)〕■〔增订〕，研细，加三氯甲烷20ml，超声处理5分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取胆酸对照品、猪去氧胆酸对照品，加乙醇制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以异辛烷-乙酸乙酯-冰醋酸(15∶7∶5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品内容物1g■〔规格(1)〕或0.8g〔规格(2)〕■〔增订〕，研细，加甲醇10ml，超声处理5分钟，静置，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取金银花对照药材0.5g，加甲醇20ml，超声处理5分钟，滤过，滤液作为对照药材溶液。再取绿原酸对照品，加甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各1～2μl，分别点于同一聚酰胺薄膜上，以醋酸为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品内容物1.5g■〔规格(1)〕或1.2g〔规格(2)〕■〔增订〕，研细，加水20ml，超声处理20分钟，用正丁醇振摇提取2次，每次30ml，合并正丁醇液，置水浴上蒸干，残渣加丙酮2ml使溶解，作为供试品溶液。另取栀子苷对照品，加丙酮制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-丙酮-甲酸-水(10∶7∶2∶0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【含量测定】 **胆酸** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-1%冰醋酸溶液(75∶25)为流动相；用蒸发光散射检测器检测。理论板数按胆酸峰计算应不低于8000。

对照品溶液的制备 取胆酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.4g■〔规格(1)〕或0.32g〔规格(2)〕■〔增订〕，精密称定，置50ml量瓶中，加入甲醇40ml，超声处理(功率180W，频率40kHz)30分钟，放至室温，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液10μl、20μl与供试品溶液10～20μl，分别注入液相色谱仪，测定，以外标两点法对数方程计算，即得。

本品每粒含胆酸($C_{24}H_{40}O_5$)■〔规格(1)〕■〔增订〕应为5.2～7.8mg，■〔规格(2)〕应为10.4～15.6mg■〔增订〕。

栀子 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(11∶89)为流动相；检测波长为238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取栀子苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，研细，取约0.25g■〔规格(1)〕或约0.2g〔规格(2)〕■〔增订〕，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率180W，频率40kHz)20分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含栀子以栀子苷($C_{17}H_{24}O_{10}$)计，■〔规格(1)〕■〔增订〕不得少于0.50mg■，〔规格(2)〕不得少于1.0mg■〔增订〕。

黄芩苷 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-冰醋酸-水(45∶1∶55)为流动相；检测波长为274nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取装量差异项下的本品内容物，混匀，研细，取约0.25g■〔规格(1)〕或约0.2g〔规格(2)〕■〔增订〕，精密称定，置100ml量瓶中，加甲醇50ml，超声处理(功率180W，频率40kHz)10分钟，放至室温，加水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl，分别注入液相色谱仪，测定，计算，即得。

本品每粒含黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)■〔规格(1)〕■〔增订〕应为9.0～11.0mg■，〔规格(2)〕应为18.0～22.0mg■〔增订〕。

总氮量 取装量差异项下的本品内容物，研细，取本品0.1g■〔规格(1)〕或0.08g〔规格(2)〕■〔增订〕，精密称定，照氮测定法(附录Ⅸ L第二法)测定，即得。

本品每粒含总氮(N)■〔规格(1)〕■〔增订〕应为3.9～5.9mg■，〔规格(2)〕应为7.8～11.8mg■〔增订〕。

【功能与主治】 清热解毒，镇静安神。用于外感风热时毒、火毒内盛所致高热不退、烦躁不安、咽喉肿痛、舌质红绛、苔黄、脉数者；上呼吸道感染、病毒性感冒、急性化脓性扁桃体炎、急性咽炎、急性气管炎、高热等病症属上述证候者。

【用法与用量】 口服。■规格(1)：■[增订]一次2～4粒，■规格(2)：一次1～2粒■[增订]，一日3次。儿童酌减或遵医嘱。

【注意】 久病体虚患者如出现腹泻时慎用。

【规格】 (1)每粒装0.25g(含黄芩苷10mg) ■(2)每粒装0.40g(含黄芩苷20mg)■[增订]

【贮藏】 密封。

清火栀麦片

Qinghuo Zhimai Pian

【处方】 穿心莲 800g　　栀子 100g
麦冬 100g

【制法】 以上三味，取穿心莲140g与栀子粉碎成细粉，过筛；剩余的穿心莲与麦冬加水煎煮二次，每次2小时，合并煎液，滤过，滤液浓缩成相对密度为1.30～1.40的稠膏，加入上述细粉及辅料适量，混匀，制成颗粒，压制成1000片，包糖衣■或薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订]，除去■包■[修订]衣后显褐绿色或黄褐色至棕褐色；味极苦。

【鉴别】 (1)取本品10片，除去■包■[修订]衣，研细，加石油醚(60～90℃)30ml，加热回流30分钟，弃去石油醚液，药渣挥去石油醚，加无水乙醇30ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加无水乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取穿心莲内酯对照品，加无水乙醇制成每1ml含3mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液1～4μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-无水乙醇(9：6：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(2)取栀子苷对照品，加甲醇制成每1ml含4mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取〔鉴别〕(1)项下的供试品溶液2μl、上述对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇(3：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(3)取本品5片，除去■包■[修订]衣，研细，加3.6%盐酸溶液20ml，加热回流1小时，放冷，滤过，滤液加三氯甲烷振摇提取2次，每次10ml，合并三氯甲烷液，蒸干，残渣加无水乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取麦冬对照药材0.5g，加水煎煮1小时，滤过，滤液浓缩成稠膏，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以三氯甲烷-丙酮(4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 **穿心莲** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(55：45)为流动相；穿心莲内酯检测波长为230nm，脱水穿心莲内酯检测波长为250nm。理论板数按穿心莲内酯峰和脱水穿心莲内酯峰计算均应不低于2000。

对照品溶液的制备　取穿心莲内酯对照品、脱水穿心莲内酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含穿心莲内酯、脱水穿心莲内酯各20μg的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备　取本品20片，除去■包■[修订]衣，精密称定，研细，取约0.3g，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇适量，超声处理(功率250W，频率33kHz)30分钟，放冷，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含穿心莲以穿心莲内酯($C_{20}H_{30}O_5$)和脱水穿心莲内酯($C_{20}H_{28}O_4$)的总量计，不得少于1.0mg。

栀子 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(15：85)为流动相；检测波长为238nm。理论板数按栀子苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取栀子苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含30μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　同穿心莲〔含量测定〕项下。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含栀子以栀子苷($C_{17}H_{24}O_{10}$)计，不得少于1.2mg。

【功能与主治】 清热解毒，凉血消肿。用于肺胃热盛所致的咽喉肿痛、发热、牙痛、目赤。

【用法与用量】 口服。一次2片，一日2次。

■【规格】 薄膜衣片　每片重(1)0.27g　(2)0.31g■[增订]

【贮藏】 密封。

清肺消炎丸

Qingfei Xiaoyan Wan

【处方】 麻黄　　石膏
地龙　　牛蒡子

葶苈子　　人工牛黄

炒苦杏仁　　羚羊角

【制法】 以上八味，除人工牛黄外，羚羊角粉碎成极细粉，其余麻黄等六味粉碎成细粉，与上述羚羊角及人工牛黄粉末配研，混匀，过筛。每100g粉末用炼蜜60～80g加适量水泛丸，制成水蜜丸，干燥，即得。

【性状】 本品为棕褐色的水蜜丸；气腥，味微辛、苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：气孔特异，保卫细胞侧面观呈哑铃状(麻黄)。不规则片状结晶无色，有平直纹理(石膏)。石细胞橙黄色，贝壳状，壁较厚，较宽一边纹孔明显(炒苦杏仁)。肌纤维无色至淡棕色，微波状弯曲，有时呈垂直交错排列(地龙)。种皮内表皮细胞黄色，多角形或长多角形，壁稍厚(葶苈子)。

(2)取本品20丸，研碎，加稀盐酸10～20ml，放置30分钟，使溶解，滤过，滤液显钙盐(附录Ⅳ)与硫酸盐(附录Ⅳ)的鉴别反应。

(3)取本品20丸，研碎，加三氯甲烷4ml，搅匀，放置1小时，取上清液作为供试品溶液。另取胆酸对照品，加无水乙醇制成每1ml含2mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙醚-三氯甲烷-冰醋酸(2：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以10%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品10g，研碎，加三氯甲烷20ml、盐酸3ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯15ml，加活性炭0.5g，加热煮沸，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取牛蒡子对照药材0.5g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各6～10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚(30～60℃)-甲苯-乙酸乙酯-冰醋酸(10：20：7：0.5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以盐酸酸性5%三氯化铁乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 水分 不得过14.0%(附录Ⅸ H)。

■其他 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。■[增订]

【含量测定】 取本品适量，研碎，取3g，精密称定，加浓氨试液-甲醇(1：50)的混合溶液10ml，浸泡30分钟，超声处理(功率220W，频率50kHz)10分钟，离心(转速为每分钟3600转)，取上清液。药渣按上述方法重复操作3次。合并上清液，蒸干，残渣用饱和氯化钠溶液30ml使溶解，用浓氨试液调节pH值至9，用乙醚振摇提取5次，每次20ml，合并乙醚液，回收乙醚至近干，残渣加甲醇适量使溶解，滤过，滤液置10ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取盐酸麻黄碱对照品，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.14mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，精密吸取供试品溶液4μl、对照品溶液2μl与4μl，分别点于同一高效硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(20：3.5：0.6)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以0.2%茚三酮乙醇溶液，于105℃加热至斑点显色清晰，取出，放置30分钟。照薄层色谱法(附录Ⅵ B薄层色谱扫描法)进行扫描，波长：λ_S＝490nm，λ_R＝440nm，测量供试品吸光度积分值与对照品吸光度积分值，计算，即得。

本品每1g含麻黄以盐酸麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)计，不得少于0.10mg。

【功能与主治】 清肺化痰，止咳平喘。用于痰热阻肺，咳嗽气喘，胸胁胀痛，吐痰黄稠；上呼吸道感染、急性支气管炎、慢性支气管炎急性发作及肺部感染见上述证候者。

【用法与用量】 口服。周岁以内小儿一次10丸，一岁至三岁一次20丸，三岁至六岁一次30丸，六岁至十二岁一次40丸，十二岁以上及成人一次60丸，一日3次。

【注意】 风寒表证引起的咳嗽、心功能不全者慎用。

【规格】 每60丸重8g

【贮藏】 密封。

清 眩 丸

Qingxuan Wan

【处方】 川芎200g　　白芷200g

薄荷100g　　荆芥穗100g

石膏100g

【制法】 以上五味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末加炼蜜110～130g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为黑褐色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；气微香，味微甜而后辛、凉。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：淀粉粒复粒由8～12分粒组成(白芷)。螺纹导管直径14～50μm，增厚壁互相连接，似网状螺纹导管(川芎)。腺鳞头部8细胞，扁球形，直径约至90μm，柄短，单细胞(薄荷)。花萼表皮细胞淡黄色，垂周壁波状弯曲(荆芥穗)。不规则片状结晶无色，有平直纹理(石膏)。

(2)取本品6g，剪碎，加硅藻土3g，研匀，加石油醚(60～90℃)20ml，密塞，时时振摇，浸渍过夜，滤过，滤液浓缩至约1ml，作为供试品溶液。另取川芎对照药材、白芷对照药材各1g，分别同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各20μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(17：3)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与川芎对照药材色谱相应的位置上，显相同的亮蓝色荧光斑点；在与白芷对照药材色谱相应的位置上，显相同的两个黄色荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(63∶37)为流动相;检测波长为248nm;柱温40℃。理论板数按欧前胡素峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取欧前胡素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含10μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,剪碎,取约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率33kHz)45分钟,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液5μl与供试品溶液10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含白芷以欧前胡素($C_{16}H_{14}O_4$)计,■小蜜丸每1g不得少于67μg,大蜜丸每丸■[增订]不得少于0.40mg。

【功能与主治】 散风清热。用于风热头晕目眩,偏正头痛,鼻塞牙痛。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次6～12g(30～60丸),大蜜丸■[增订]一次1～2丸,一日2次。

【规格】 ■(1)小蜜丸每100丸重20g　(2)大蜜丸■[增订]每丸重6g

【贮藏】 密封。

清瘟解毒丸

Qingwen Jiedu Wan

【处方】

大青叶 100g	连翘 75g
玄参 100g	天花粉 100g
桔梗 75g	炒牛蒡子 100g
羌活 75g	防风 50g
葛根 100g	柴胡 50g
黄芩 100g	白芷 50g
川芎 50g	赤芍 50g
甘草 25g	淡竹叶 100g

【制法】 以上十六味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每100g粉末加炼蜜60～80g及适量的水,制丸,干燥,制成水蜜丸;或加炼蜜150～170g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为黑褐色的水蜜丸、■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;气微香,味甘、苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:内果皮纤维上下层纵横交错,纤维短梭状(连翘)。石细胞黄棕色或无色,类长方形、类圆形或形状不规则,层纹明显,直径约至94μm(玄参)。具缘纹孔导管大,多破碎,有的具缘纹孔成六角形或斜方形,排列紧密(天花粉)。内果皮石细胞表面观呈尖梭形或长圆形,镶嵌紧密,侧面观类长方形或长条形,壁厚,木化,纹孔横长(牛蒡子)。油管含金黄色分泌物(防风)。韧皮纤维淡黄色,梭形,壁厚,孔沟细(黄芩)。表皮细胞狭长,垂周壁深波状弯曲,有气孔,保卫细胞哑铃状;非腺毛单细胞,基部钝圆(淡竹叶)。

(2)取本品水蜜丸6g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸9g,剪碎,加硅藻土3g,研匀,加乙醚20ml,超声处理5～10分钟,滤过,药渣备用,滤液挥干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取靛蓝对照品,加三氯甲烷制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-三氯甲烷-丙酮(5∶4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同的蓝色斑点。

(3)取〔鉴别〕(2)项下的备用药渣,挥尽乙醚,加乙酸乙酯20ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取葛根素对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(28∶10∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(4)取本品水蜜丸3.5g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸5g,剪碎,加硅藻土2g,研匀,加70%乙醇50ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水适量使溶解,加在聚酰胺柱(60～80目,1g,内径为1.0～1.5cm)上,用水80ml洗脱,弃去水液;再用50%甲醇50ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液4μl、对照品溶液2μl,分别点于同一聚酰胺薄膜上,以乙酸乙酯-丁酮-醋酸-水(10∶7∶5∶1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以1%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取本品水蜜丸3.5g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸5g,剪碎,加硅藻土2g,研匀,加无水乙醇50ml,加热回流1小时,滤过,滤液浓缩至1ml,加中性氧化铝2g,拌匀,烘干,加在中性氧化铝柱(100～200目,3g,内径为1.0～1.5cm)上,用乙醇50ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取牛蒡苷对照品,加乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(40∶8∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-磷酸(47∶53∶0.2)为流动相;柱温40℃;检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备 取黄芩苷对照品适量,精密称定,加70%乙醇制成每1ml含60μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸适量,粉碎成细粉,取约1.0g,精密称定;或取重量差异项下的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,剪碎,混匀,取约1.5g,精密称定,加入硅藻土1.5g,研匀,转移至具塞锥形瓶中,精密加入70%乙醇50ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率50kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用70%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含黄芩以黄芩苷($C_{21}H_{18}O_{11}$)计,水蜜丸每1g不得少于3.3mg,■小蜜丸每1g不得少于2.2mg,■[增订]大蜜丸每丸不得少于20.0mg。

【功能与主治】 清瘟解毒。用于外感时疫,憎寒壮热,头痛无汗,口渴咽干,痄腮,大头瘟。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次12g;■小蜜丸一次18g(90丸)■[增订],大蜜丸一次2丸,一日2次;小儿酌减。

【规格】 (1)水蜜丸每120丸重12g (2)■小蜜丸每100丸重20g (3)■[增订]大蜜丸每丸重9g

【贮藏】 密封。

琥珀抱龙丸

Hupo Baolong Wan

【处方】 山药(炒)256g　朱砂80g
甘草48g　琥珀24g
天竺黄24g　檀香24g
枳壳(炒)16g　茯苓24g
胆南星16g　枳实(炒)16g
红参24g

【制法】 以上十一味,琥珀研成极细粉,朱砂水飞成极细粉;其余檀香等九味粉碎成细粉,与上述粉末配研,过筛,混匀。每100g粉末加炼蜜90～110g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕红色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;味甘、微苦、辛。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:不规则分枝状团块无色,遇水合氯醛试液溶化;菌丝无色或淡棕色,直径4～6μm(茯苓)。草酸钙针晶束存在于黏液细胞中,长80～240μm,针晶束直径2～8μm(山药)。含晶细胞方形或长方形,壁厚,木化,层纹明显,胞腔含草酸钙方晶(檀香)。不规则碎块淡黄绿色或棕黄色,透明或半透明(琥珀)。

(2)取本品■5.4g■[修订],剪碎,加硅藻土3g,研细,加乙醚60ml,超声处理10分钟,滤过,弃去乙醚液,药渣挥去溶剂,加甲醇60ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水30ml使溶解,加盐酸2ml与三氯甲烷20ml,加热回流1小时,放冷,分取三氯甲烷液,水层再用三氯甲烷30ml振摇提取,合并三氯甲烷液,蒸干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取甘草次酸对照品,加乙酸乙酯制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以正己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(15∶4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品■5.4g■[修订],剪碎,加硅藻土5g,研细,加甲醇80ml,加热回流2小时,滤过,滤液蒸干,残渣加水30ml使溶解,用三氯甲烷振摇提取2次,每次30ml,弃去三氯甲烷液,水液用正丁醇振摇提取3次,每次30ml,合并正丁醇液,用氨试液洗涤2次,每次80ml,取正丁醇液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取人参对照药材1g,同法制成对照药材溶液。再取人参皂苷Re对照品、人参皂苷Rg_1对照品,加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15∶40∶22∶10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,日光下显相同颜色的斑点,置紫外光灯(365nm)下检视,显相同颜色的荧光斑点。

【检查】 **砷盐** 取本品0.4g,加氢氧化钙0.4g,混匀,加水适量,搅匀,干燥后用小火烧灼至炭化,再在500～600℃炽灼使完全灰化,放冷,残渣加盐酸5ml与适量的水使溶解成28ml,依法(附录Ⅸ F第一法)检查,含砷量不得过百万分之五。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取重量差异项下的本品,剪碎,混匀,取约1.8g,精密称定,置250ml锥形瓶中,加硫酸10ml与硝酸钾1.5g,加热使溶解,放冷,加水50ml溶解后,滴加1%高锰酸钾溶液至显粉红色,再滴加2%硫酸亚铁溶液至红色消失,加硫酸铁铵指示液2ml,用硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml硫氰酸铵滴定液(0.1mol/L)相当于11.63mg的硫化汞(HgS)。

本品含朱砂以硫化汞(HgS)计,■小蜜丸每1g应为59.4～80.0mg,大蜜丸每丸■[增订]应为107～144mg。

【功能与主治】 清热化痰,镇静安神。用于饮食内伤所致的痰食型急惊风,症见发热抽搐、烦躁不安、痰喘气急、惊痫

不安。

【用法与用量】 口服。■小蜜丸一次1.8g(9丸),大蜜丸■[增订]一次1丸,一日2次;婴儿■小蜜丸每次0.6g(3丸),大蜜丸■[增订]每次1/3丸,化服。

【注意】 慢惊及久病、气虚者忌服。

【规格】 ■(1)小蜜丸每100丸20g　(2)大蜜丸■[增订]每丸重1.8g

【贮藏】 密封。

葛根芩连片

Gegen Qinlian Pian

【处方】 葛根1000g　黄芩375g
黄连375g　炙甘草250g

【制法】 以上四味,取葛根225g,粉碎成细粉,剩余的葛根与炙甘草加水煎煮二次,每次2小时,合并煎液,滤过,滤液浓缩至适量;黄芩、黄连分别用50%乙醇作溶剂,浸渍24小时后进行渗漉,收集渗漉液,回收乙醇后与上述浓缩液合并,浓缩成稠膏,加入葛根细粉和适量的辅料,混匀,干燥,制成颗粒,干燥,压制成1000片,或包糖衣■或薄膜衣■[增订],即得。

【性状】 本品为黄棕色至棕色的片;或为糖衣片■、薄膜衣片,除去包衣后显黄棕色至棕色;气微,味苦。■[增订]

【鉴别】 (1)取本品2片,研细,加甲醇10ml,超声处理15分钟,滤过,取滤液1ml,用甲醇稀释至5ml,作为供试品溶液。另取黄连对照药材0.1g,加甲醇10ml,超声处理15分钟,滤过,滤液作为对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品,加甲醇制成每1ml含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各1μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-乙酸乙酯-异丙醇-甲醇-浓氨试液(12:6:3:3:1)为展开剂,置氨蒸气预平衡15分钟的展开缸内,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(2)取本品4片,研细,加乙酸乙酯25ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取葛根素对照品,加无水乙醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液5μl、对照品溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水(28:10:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置氨蒸气中熏15分钟,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品4片,研细,加甲醇30ml,加热回流30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣用水10ml溶解,用盐酸调节pH值至3.0~3.5,用乙酸乙酯振摇提取2次,每次10ml,合并提取液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取黄芩苷对照品,加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照品溶液5μl,分别点于同一以含4%醋酸钠的羧甲基纤维素钠溶液为黏合剂的硅胶G薄层板上,以乙酸乙酯-丁酮-甲酸-水(5:3:1:1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以2%三氯化铁乙醇溶液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 **葛根** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-水(6:10:84)为流动相;检测波长为250nm。理论板数按葛根素峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备　取葛根素对照品适量,精密称定,加甲醇-水(70:30)的混合溶液制成每1ml含0.15mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品10片,■包■[修订]衣片除去■包■[修订]衣,精密称定,研细,取0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇-水(70:30)的混合溶液50ml,称定重量,加热回流30分钟,放冷,再称定重量,用上述混合溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含葛根以葛根素($C_{21}H_{20}O_9$)计,不得少于9.6mg。

黄连　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-5mmol/L十二烷基硫酸钠溶液(用冰醋酸调节至pH 4.0)(52:48)为流动相;检测波长为348nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于4500。

对照品溶液的制备　取盐酸小檗碱对照品适量,精密称定,加甲醇-盐酸(100:1)的混合溶液制成每1ml含0.1mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　取本品10片,■包■[修订]衣片除去■包■[修订]衣,精密称定,研细,取0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇-盐酸(100:1)的混合溶液20ml,密塞,称定重量,超声处理(功率180W,频率35kHz)20分钟,放冷,再称定重量,用上述混合溶液补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含黄连以盐酸小檗碱($C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$)计,不得少于2.7mg。

【功能与主治】 解肌清热,止泻止痢。用于湿热蕴结所致的泄泻、痢疾,症见身热烦渴、下痢臭秽、腹痛不适。

【用法与用量】 口服。一次3~4片,一日3次。

【规格】 (1)素片　每片重0.3g　(2)素片　每片重0.5g

(3)糖衣片(片芯重 0.3g) ■(4)薄膜衣片 每片重 0.3g■[增订]

【贮藏】 密封。

跌 打 丸

Dieda Wan

【处方】 三七 64g　当归 32g
白芍 48g　赤芍 64g
桃仁 32g　红花 48g
血竭 48g　北刘寄奴 32g
烫骨碎补 32g　续断 320g
苏木 48g　牡丹皮 32g
乳香(制)48g　没药(制)48g
姜黄 24g　醋三棱 48g
防风 32g　甜瓜子 32g
枳实(炒)32g　桔梗 32g
甘草 48g　木通 32g
煅自然铜 32g　土鳖虫 32g

【制法】 以上二十四味,粉碎成细粉,过筛,混匀。每100g粉末加炼蜜100～120g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为黑褐色至黑色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;气微腥,味苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:花粉粒球形或椭圆形,直径约至60μm,外壁有刺,具3个萌发孔(红花)。纤维束橙黄色,周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(苏木)。纤维束浅黄色,周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草)。石细胞橙黄色,贝壳形,壁较厚,较宽的一边纹孔明显(桃仁)。种皮石细胞金黄色,类长方形,壁厚,深波状弯曲,层纹明显,彼此紧密嵌合(甜瓜子)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(枳实)。油管含金黄色分泌物,直径为30μm(防风)。联结乳管直径14～25μm,含淡黄色颗粒状物(桔梗)。非腺毛浅黄色至浅棕色,1～2细胞(北刘寄奴)。体壁碎片黄色或棕红色,有圆形毛窝,直径8～24μm,可见长短不一的刚毛(土鳖虫)。

(2)取本品5g,剪碎,加甲醇50ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次30ml,合并正丁醇提取液,用氨试液洗涤2次,每次20ml,再用正丁醇饱和的水20ml洗涤,取正丁醇液,蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取三七皂苷R_1对照品、人参皂苷Rb_1对照品、人参皂苷Rg_1对照品,加甲醇制成每1ml各含1mg的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液2μl、对照品溶液1μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-水(15:40:22:10)10℃以下放置的下层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,日光下显相同颜色的斑点;置紫外光灯(365nm)下检视显相同颜色的荧光斑点。

(3)取本品5g,剪碎,加乙酸乙酯20ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液挥干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取当归对照药材1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液2μl、对照药材溶液1μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(9:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光主斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钠溶液(49:51)为流动相;检测波长为440nm。理论板数按血竭素峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备 取血竭素高氯酸盐对照品适量,精密称定,加3%磷酸甲醇溶液制成每1ml含血竭素高氯酸盐20μg的溶液(相当于14.52μg的血竭素),即得。

供试品溶液的制备 取重量差异项下的本品,剪碎,取约2g,精密称定,精密加入3%磷酸甲醇溶液25ml,密塞,称定重量,加热回流30分钟,放冷,再称定重量,用3%磷酸甲醇溶液补足减失的重量,摇匀,离心,取上清液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

■本品含血竭以血竭素($C_{17}H_{14}O_3$)计,小蜜丸每1g不得少于0.10mg,大蜜丸每丸不得少于0.30mg。■[修订]

【功能与主治】 活血散瘀,消肿止痛。用于跌打损伤,筋断骨折,瘀血肿痛,闪腰岔气。

■【用法与用量】 口服。小蜜丸一次3g,大蜜丸一次1丸,一日2次。■[修订]

【注意】 孕妇禁用。

■【规格】 (1)小蜜丸每10丸重2g (2)大蜜丸每丸重3g■[修订]

【贮藏】 密封。

跌 打 镇 痛 膏

Dieda Zhentong Gao

【处方】 土鳖虫 48g　生草乌 48g
马钱子■(炒)■[删除]48g　大黄 48g
降香 48g　两面针 48g

黄芩 48g　　黄柏 48g

虎杖 15g　　冰片 24g

薄荷素油 30g　　樟脑 60g

水杨酸甲酯 60g　　薄荷脑 30g

【制法】■以上十四味，马钱子炒后与土鳖虫、生草乌、大黄、降香、两面针、黄芩、黄柏、虎杖粉碎成细粉，将冰片、薄荷素油、樟脑、水杨酸甲酯、薄荷脑等混合，得混合油料；另加0.7～0.9倍重的由橡胶、松香等组成的基质与上述的细粉、混合油料制成涂料，进行涂膏，切断，盖衬，切块，即得。■[修订]

【性状】 本品为棕黑色的片状橡胶膏，久置后膏背面有轻微泛黄；气芳香。

【鉴别】 (1)取含膏量检查项下残留物，置显微镜下观察：纤维束鲜黄色，周围细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维，含晶细胞壁木化增厚(黄柏)。紫红色纤维、晶纤维成束或单个散在，壁厚，均木化(降香)。韧皮纤维淡黄色，梭形，壁厚，孔沟细(黄芩)。草酸钙簇晶大，直径20～140μm(大黄)。单细胞非腺毛形似纤维，多碎断，基部膨大似石细胞，木化(马钱子)。体壁碎片黄色或棕红色，有圆形毛窝，直径8～24μm，可见长短不一的刚毛(土鳖虫)。

(2)取〔挥发油〕项下挥发油测定器中的液体，加乙酸乙酯10ml振摇提取，分取乙酸乙酯液，作为供试品溶液。另取薄荷脑对照品、冰片对照品、水杨酸甲酯对照品和樟脑对照品，加无水乙醇制成每1ml分别含8mg、7mg、17mg和17mg的混合溶液，作为对照品溶液。照气相色谱法(附录Ⅵ E)试验，以聚乙二醇20000(PEG-20M)为固定液，涂布浓度为10%，柱长为2m，柱温为150℃。分别吸取对照品溶液和供试品溶液各1μl，注入气相色谱仪。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【检查】 **士的宁**　取本品5片，除去盖衬，剪成小块，置具塞锥形瓶中，加1mol/L盐酸溶液60ml，浸泡过夜，超声处理20分钟，滤过，滤液置分液漏斗中，加浓氨试液调节pH值至9～10，用乙醚振摇提取3次(30ml，20ml，20ml)，合并乙醚液，加无水硫酸钠脱水，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷使溶解，移至2ml量瓶中，加三氯甲烷至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取士的宁对照品适量，精密称定，加三氯甲烷制成每1ml含6mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，精密吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(4：5：0.6：0.4)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点，应小于对照品斑点。

乌头碱　取乌头碱对照品适量，精密称定，加三氯甲烷制成每1ml含0.4mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，精密吸取对照品溶液与士的宁〔检查〕项下的供试品溶液各10μl，分别点于同一用2%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以乙醚-甲醇(60：1)为展开剂，展开，取出，晾干，碘蒸气显色。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上出现的斑点，应小于对照品斑点或不出现斑点。

含膏量　取本品2片，用乙醚作溶剂，依法(附录Ⅰ I第一法)检查。每100cm² 含膏量不得低于3.0g。

其他　应符合贴膏剂项下橡胶膏剂有关的各项规定(附录Ⅰ I)。

【挥发油】 取本品2片，每片切取50cm²，除去盖衬，剪碎，照挥发油测定法(附录Ⅹ D甲法)测定，每100cm² 不得少于0.3ml。

【功能与主治】 活血止痛，散瘀消肿，祛风胜湿。用于急、慢性扭挫伤，慢性腰腿痛，风湿关节痛。

【用法与用量】 外用，贴患处。

【注意】 孕妇及皮肤过敏者慎用。

【规格】 每贴　(1)10cm×7cm　(2)10cm×400cm

【贮藏】 密封。

锁阳固精丸

Suoyang Gujing Wan

【处方】 锁阳 20g　　肉苁蓉(蒸)25g

制巴戟天 30g　　补骨脂(盐炒)25g

菟丝子 20g　　杜仲(炭)25g

八角茴香 25g　　韭菜子 20g

芡实(炒)20g　　莲子 20g

莲须 25g　　煅牡蛎 20g

龙骨(煅)20g　　鹿角霜 20g

熟地黄 56g　　山茱萸(制)17g

牡丹皮 11g　　山药 56g

茯苓 11g　　泽泻 11g

知母 4g　　黄柏 4g

牛膝 20g　　大青盐 25g

【制法】 以上二十四味，粉碎成细粉，过筛，混匀。每100g粉末用炼蜜30～40g加适量的水泛丸，干燥，用玉米朊包衣，晾干，制成水蜜丸；或加炼蜜110～130g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为棕褐色至黑褐色的水蜜丸、■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；气微，味苦。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛试液溶化；菌丝无色或淡棕色，直径4～6μm(茯苓)。种皮栅状细胞2列，内列较外列长，有光辉带(菟丝子)。种皮石细胞表面观类多角形，壁极厚，波状弯曲，胞腔分枝状，内含棕黑色物(八角茴香)。石细胞稍分枝或似纤维状(巴戟天)。纤维束鲜黄色，周围细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维，含晶细胞的壁木化增厚(黄柏)。木纤维成束，壁较薄，非木化，纹孔斜裂缝状、人字状或十字状(牛膝)。橡胶丝呈条状或扭曲成团，表面显颗粒性(杜仲)。薄壁组织灰棕色

至黑棕色，细胞多皱缩，内含棕色核状物（熟地黄）。薄壁细胞类圆形，有椭圆形纹孔，集成纹孔群；内皮层细胞垂周壁波状弯曲，较厚，木化，有稀疏细孔沟（泽泻）。草酸钙针晶束存在于黏液细胞中，长80～240μm，针晶直径2～5μm（山药）。草酸钙针晶成束或散在，长26～110μm（知母）。果皮表皮细胞橙黄色，表面观类多角形，垂周壁连珠状增厚（山茱萸）。不规则块片半透明，边缘折光较强，表面有纤细短纹理和小孔及狭细裂隙（鹿角霜）。

（2）取本品水蜜丸6g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸9g，剪碎，加硅藻土5g，研匀。加石油醚（60～90℃）30ml，加热回流30分钟，滤过，药渣挥尽溶剂，加乙酸乙酯30ml，加热回流30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加乙酸乙酯1ml使溶解，作为供试品溶液。另取补骨脂对照药材0.2g，同法制成对照药材溶液。再取补骨脂素对照品、异补骨脂素对照品，加乙酸乙酯制成每1ml各含1mg的混合溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液及对照药材溶液各10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（60～90℃）-三氯甲烷-乙醚（5：5：1）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

（3）取本品水蜜丸6g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸9g，剪碎，加硅藻土6g，研匀。加乙醚30ml，加热回流1小时，滤过，滤液挥去乙醚，残渣加丙酮1ml使溶解，作为供试品溶液。另取丹皮酚对照品，加丙酮制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液10～20μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（3：1）为展开剂，展开，取出，晾干，喷以盐酸酸性5％三氯化铁乙醇溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同的蓝褐色斑点。

（4）取本品水蜜丸6g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸9g，剪碎。加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇5ml，滤过，滤液作为供试品溶液。另取黄柏对照药材0.05g，同法制成对照药材溶液。再取盐酸小檗碱对照品，加甲醇制成每1ml含0.05mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取供试品溶液2μl、对照品溶液及对照药材溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以苯-异丙醇-乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液（12：3：6：3：1）为展开剂，置氨蒸气预饱和的展开缸内，展开，取出，晾干，置紫外光灯（365nm）下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱和对照品色谱相应的位置上，显相同的黄色荧光斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【功能与主治】 温肾固精。用于肾阳不足所致的腰膝酸软、头晕耳鸣、遗精早泄。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次6g，■小蜜丸一次9g，■[增订]大蜜丸一次1丸，一日2次。

【规格】 （1）水蜜丸每100丸重10g　■（2）小蜜丸每100丸重20g　（3）大蜜丸每丸重9g■[增订]

【贮藏】 密封。

舒　肝　丸

Shugan Wan

【处方】

川楝子 150g	醋延胡索 100g
白芍（酒炒）120g	片姜黄 100g
木香 80g	沉香 100g
豆蔻仁 60g	砂仁 80g
姜厚朴 60g	陈皮 80g
枳壳（炒）100g	茯苓 100g
朱砂 27g	

【制法】 以上十三味，朱砂水飞成极细粉，其余川楝子等十二味粉碎成细粉，与上述粉末配研，过筛，混匀。每100g粉末用炼蜜65～85g加适量的水泛丸，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜170～180g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸；或用水（加入4％炼蜜）泛丸，干燥，制成水丸，即得。

【性状】 本品为棕红色至棕色的水蜜丸、■小蜜丸、■[增订]大蜜丸或水丸；气微，味甘、后微苦。

【鉴别】 （1）取本品，置显微镜下观察：不规则分枝状团块无色，遇水合氯醛试液溶化；菌丝无色或淡棕色，直径4～6μm（茯苓）。果皮纤维束旁的细胞中含草酸钙方晶或少数簇晶，形成晶纤维，含晶细胞壁厚薄不一，木化（川楝子）。内种皮厚壁细胞黄棕色或棕红色，表面观类多角形，壁厚，内含硅质块（砂仁）。石细胞分枝状，壁厚，层纹明显（姜厚朴）。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中（陈皮）。草酸钙簇晶直径18～32μm，存在于薄壁细胞中，常排列成行，或一个细胞中含有数个簇晶（白芍）。不规则细小颗粒暗棕红色，有光泽，边缘暗黑色（朱砂）。

（2）取本品水丸2.5g或水蜜丸4g或■小蜜丸、■[增订]大蜜丸6g，用水淘洗，可得少量朱红色沉淀，取出，用盐酸湿润，在光洁铜片上轻轻摩擦，铜片表面即显银白色光泽，加热烘烤后，银白色消失。

（3）取本品水丸2.5g或水蜜丸4g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸6g，剪碎。加乙醇-氨试液（1：1）5ml，研匀，加苯30ml，加热回流2小时，滤过，滤液用20％盐酸溶液振摇提取3次（20ml，15ml，15ml），合并酸液，加氨试液使成碱性，用三氯甲烷振摇提取3次（25ml，20ml，20ml），合并三氯甲烷液，水洗后，用无水硫酸钠脱水，滤过，滤液浓缩至1ml，作为供试品溶液。另取延胡索对照药材1g，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法（附录Ⅵ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以苯-乙醇（4：1）为展

开剂，展开，取出，晾干，依次喷以碘化铋钾试液及亚硝酸钠乙醇试液。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的棕色斑点。

(4)取本品水丸7g或水蜜丸12g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸18g，剪碎，加硅藻土10g，研匀。置红外线灯下烘干，加甲醇90ml，超声处理30分钟，滤过，分取滤液30ml，作为供试品溶液。另取橙皮苷对照品，加甲醇制成饱和溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液2～4μl、对照品溶液2μl，分别点于同一用1%氢氧化钠溶液制备的硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-水(100：17：13)为展开剂，展开，展距约3cm，取出，晾干；再以甲苯-乙酸乙酯-甲酸-水(20：10：1：1)的上层溶液为展开剂，展开，展距8cm，取出，晾干，喷以1%三氯化铝甲醇溶液，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

(5)取〔鉴别〕(4)项下剩余的甲醇提取液，蒸干，加稀盐酸40ml使溶解，用三氯甲烷振摇提取3次，每次20ml，合并三氯甲烷液，用2%氢氧化钠溶液振摇提取3次，每次20ml，合并碱液，加盐酸调节pH值至1～2，用三氯甲烷振摇提取3次，每次20ml，合并三氯甲烷液，水洗，三氯甲烷液用无水硫酸钠脱水，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品，加甲醇分别制成每1ml含2mg和1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以三氯甲烷-苯-乙酸乙酯(5：4：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中，分别在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；喷以5%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，分别在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

(6)取本品水丸4g或水蜜丸6g，研碎；或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸6g，剪碎，加硅藻土10g，研匀。加三氯甲烷30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加三氯甲烷2ml使溶解，作为供试品溶液。另取木香对照药材1g，加三氯甲烷10ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各6μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以环己烷-三氯甲烷(1：5)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以1%香草醛硫酸溶液，加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-磷酸盐缓冲液〔取5份0.067mol/L磷酸氢二钠溶液，用约1份0.067mol/L磷酸二氢钾溶液调节pH值为7.4〕(23：77)为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品水丸或水蜜丸，研细，取约1g，精密称定；或取重量差异项下的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，剪碎，取约1g，精密称定。置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇50ml，密塞，称定重量，超声处理(功率260W，频率40kHz)45分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，蒸干，残渣加水5ml使溶解，通过GDX-201型大孔吸附树脂柱(内径为0.9cm，柱高为12cm)，用30%甲醇100ml洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇使溶解，转移至5ml量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液10μl与供试品溶液5～15μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品含白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计，水丸每1g不得少于0.72mg；水蜜丸每1g不得少于0.42mg；■小蜜丸每1g不得少于0.27mg；■[增订]大蜜丸每丸不得少于1.6mg。

【功能与主治】 舒肝和胃，理气止痛。用于肝郁气滞，胸胁胀满，胃脘疼痛，嘈杂呕吐，嗳气泛酸。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次4g，■小蜜丸一次6g■[增订]，大蜜丸一次1丸，水丸一次2.3g，一日2～3次。

【注意】 孕妇慎用。

【规格】 水丸每20丸重2.3g；水蜜丸每100丸重20g；■小蜜丸每100丸重20g；■[增订]大蜜丸每丸重6g

【贮藏】 密封。

舒肝和胃丸

Shugan Hewei Wan

【处方】

醋香附45g	白芍45g
佛手150g	木香45g
郁金45g	炒白术60g
陈皮75g	柴胡15g
广藿香30g	炙甘草15g
莱菔子45g	焦槟榔45g
乌药45g	

【制法】 以上十三味，粉碎成细粉，过筛，混匀。■用水泛丸，干燥，制成水丸；或■[增订]每100g粉末用炼蜜70～85g加适量的水泛丸，干燥，制成水蜜丸；或加炼蜜120～130g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸，即得。

【性状】 本品为棕褐色■的水丸或为棕褐色■[增订]至棕黑色的水蜜丸■小蜜丸或大蜜丸■[修订]；气特异，味甜。

【鉴别】 (1)取本品，置显微镜下观察：纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶，形成晶纤维(炙甘草)。草酸钙针晶细小，长10～32μm，不规则地充塞于薄壁细胞中(炒白术)。草酸钙

簇晶直径18～32μm,存在于薄壁细胞中,常排列成行,或一个细胞中含有数个簇晶(白芍)。木纤维长梭形,直径16～24μm,壁稍厚,纹孔横裂缝状、十字状或人字状(木香)。草酸钙方晶成片存在于薄壁组织中(陈皮)。内胚乳细胞碎片无色,壁较厚,有较多大的类圆形纹孔(焦槟榔)。分泌细胞类圆形,含淡黄棕色至红棕色分泌物,其周围细胞作放射状排列(香附)。油管含淡黄色或黄棕色条状分泌物,直径8～25μm(柴胡)。种皮栅状细胞黄色或棕红色,表面观多角形,壁厚(莱菔子)。

(2)取本品水丸4.5g或■[增订]水蜜丸7g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸9g,剪碎,加硅藻土9g,研匀。加甲醇50ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水30ml使溶解,滤过,滤液用三氯甲烷振摇提取2次,每次15ml,弃去三氯甲烷液,用水饱和的正丁醇振摇提取4次(15ml,15ml,10ml,10ml),合并正丁醇提取液,浓缩至约1ml,加适量中性氧化铝,在水浴上拌匀,干燥,加在中性氧化铝柱(100目,4g,内径为1cm)上,以乙酸乙酯-乙醇(1∶1)30ml预洗,继用甲醇40ml洗脱,收集洗脱液,蒸干,残渣加乙醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取芍药苷对照品,加乙醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照品溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40∶5∶10∶0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品■水丸6g或■[增订]水蜜丸9g,研碎;或取■小蜜丸或■[增订]大蜜丸12g,剪碎,加硅藻土5g,研匀。加无水乙醇40ml,超声处理20分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加无水乙醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取佛手对照药材0.5g,加无水乙醇10ml,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照药材溶液2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(3∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(14∶86)为流动相;检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取芍药苷对照品适量,精密称定,加稀乙醇制成每1ml含16μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品■水丸,研碎,取0.4g,精密称定;或取本品■[增订]水蜜丸研碎,取0.55g,精密称定■;或取小蜜丸或■[增订]取重量差异项下的大蜜丸,剪碎,取0.75g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇25ml,密塞,称定重量,超声处理(功率250W,频率33kHz)30分钟,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,离心,取上清液,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品含白芍以芍药苷($C_{23}H_{28}O_{11}$)计,■水丸每1g不得少于0.66mg;■[增订]水蜜丸每1g不得少于0.44mg;■小蜜丸每1g不得少于0.33mg;■[增订]大蜜丸每丸不得少于2.0mg。

【功能与主治】 舒肝解郁,和胃止痛。用于肝胃不和,两胁胀满,胃脘疼痛,食欲不振,呃逆呕吐,大便失调。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次9g,■小蜜丸一次12g(60丸),■[增订]大蜜丸一次2丸,■水丸一次6g,■[增订]一日2次。

【规格】 (1)水蜜丸每100丸重20g (2)小蜜丸每100丸重20g (3)大蜜丸每丸重6g (4)水丸每袋装6g

【贮藏】 密封。

疏风定痛丸

Shufeng Dingtong Wan

【处方】

马钱子粉200g	麻黄300g
乳香(醋制)100g	没药(醋制)100g
千年健30g	自然铜(煅)30g
地枫皮30g	桂枝30g
牛膝30g	木瓜30g
甘草30g	杜仲(盐炙)30g
防风30g	羌活30g
独活30g	

【制法】 以上十五味,除马钱子粉外,其余麻黄等十四味粉碎成细粉,过筛,与马钱子粉配研,混匀。每100g粉末用炼蜜60～80g和适量水泛丸,干燥,制成水蜜丸;或加炼蜜140～160g制成■小蜜丸或■[增订]大蜜丸,即得。

【性状】 本品为棕黑色或灰黑色的水蜜丸,或为灰黑色的■小蜜丸或■[增订]大蜜丸;气辛香,味苦、酸。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:气孔特异,保卫细胞侧面观呈哑铃状(麻黄)。石细胞大,呈类三角形、椭圆形或不规则形,直径198～253μm,壁厚,层纹明显,胞腔内含深红色物(地枫皮)。

(2)取本品水蜜丸2g,研碎;或取■小蜜丸、■[增订]大蜜丸3g,剪碎,加硅藻土适量,研细,加浓氨试液1ml与三氯甲烷30ml,超声处理30分钟,滤过,滤液用硫酸溶液(3→100)30ml分2次振摇提取,合并提取液,加浓氨试液使呈碱性,用三氯甲烷30ml分2次振摇提取,合并三氯甲烷提取液,蒸干,残渣加三氯甲烷5ml使溶解,作为供试品溶液。另取士的宁对照品,加三氯甲烷制成每1ml含0.4mg的溶液,作为对照品溶

液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5～10μl,分别点于同一硅胶 GF_{254} 薄层板上,以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(16∶12∶1∶4)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液与0.05mol/L磷酸二氢钾溶液的等量混合溶液(用10%磷酸溶液调节至pH 2.8)(21∶79)为流动相;检测波长为254nm。理论板数按士的宁峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取士的宁对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含60μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品水蜜丸10g,研碎,混匀,取1.3g,精密称定;或取重量差异项下的■小蜜丸30丸、■[增订]大蜜丸5丸,剪碎,混匀,取1.9g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加水3ml,置振荡器上振摇至完全溶散,加氢氧化钠试液2ml,摇匀,加甲醇50ml,超声处理(功率400W,频率40kHz)20分钟,用铺有少量无水硫酸钠的滤纸滤过,滤液置100ml量瓶中,用甲醇洗涤残渣及滤器,洗液并入同一量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,精密量取25ml,蒸干,残渣用甲醇溶解并转移至10ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液5μl与供试品溶液10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品水蜜丸每1g含马钱子粉以士的宁($C_{21}H_{22}N_2O_2$)计,应为0.8～1.0mg;■小蜜丸每1g含马钱子粉以士的宁($C_{21}H_{22}N_2O_2$)计,应为0.60～0.80mg;■[增订]大蜜丸每丸含马钱子粉以士的宁($C_{21}H_{22}N_2O_2$)计,应为3.3～4.1mg。

【功能与主治】 祛风散寒,活血止痛。用于风寒湿闭阻、瘀血阻络所致的痹病,症见关节疼痛、冷痛、刺痛或疼痛致甚,屈伸不利、局部恶寒、腰腿疼痛、四肢麻木及跌打损伤所致的局部肿痛。

【用法与用量】 口服。水蜜丸一次4g(20丸),■小蜜丸一次6g,■[增订]大蜜丸一次1丸,一日2次。

【注意】 按规定量服用,不宜多服;体弱者慎服;孕妇忌服。

【规格】 (1)水蜜丸 每100丸重20g ■(2)小蜜丸 每100丸重20g (3)■[增订]大蜜丸 每丸重6g

【贮藏】 密封。

疏痛安涂膜剂

Shutong'an Tumoji

【处方】 透骨草143g　　伸筋草143g

红花48g　　薄荷脑6.7g

【制法】 以上四味,除薄荷脑外,其余透骨草等三味加水适量,用稀醋酸调节pH值至4～5,煎煮三次,每次1小时,煎液滤过,滤液合并,浓缩至相对密度为1.12～1.16(80℃),加乙醇使含醇量达60%,放置过夜,滤过,滤液备用。另取聚乙烯醇(药膜树脂04)100g,加50%乙醇适量使溶解,加入上述备用液,再加薄荷脑及甘油8.3g,搅匀,加50%乙醇调整总量至1000ml,即得。

【性状】 本品为棕红色黏稠状的液体。

【鉴别】 (1)取本品50ml,浓缩至约15ml,放冷,用氢氧化钠试液调节pH值至10～11,涂布于玻璃板上,待成膜后揭下,剪碎,加三氯甲烷100ml,加热回流1小时,放冷,滤过,滤液蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取伸筋草对照药材7g,加水适量,用醋酸调节pH值至4～5,煎煮二次,每次1小时,放冷,滤过,滤液浓缩至约20ml,加氢氧化钠试液调节pH值至10～11,用三氯甲烷振摇提取3次,每次30ml,合并三氯甲烷液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各20μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-浓氨试液(10∶0.8∶0.2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取本品20ml,用乙醚振摇提取3次,每次20ml,合并乙醚液,蒸干,残渣加乙醚1ml使溶解,作为供试品溶液。另取薄荷脑对照品,加乙醚制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各2μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚-甲苯-乙酸乙酯(7∶2∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以香草醛硫酸试液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

【检查】 **pH值** 应为4.5～6.5(附录Ⅶ G)。

乙醇量 应为42%～52%(附录Ⅸ M)。

其他 应符合涂膜剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ V)。

【含量测定】 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 聚乙二醇20000(PEG-20M)毛细管柱(柱长为30m,内径为0.32mm,膜厚度为0.25μm);柱温为120℃;分流进样,分流比为6∶1。理论板数按薄荷脑峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备 取薄荷脑对照品适量,精密称定,加乙酸乙酯制成每1ml含■1■[修订]mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品20g,精密称定,置具塞锥形瓶中,■加水10ml,混匀,加乙酸乙酯30ml,密塞,超声处理(功率300W,频率40kHz)30分钟,转移至分液漏斗中,分取乙酸乙酯层,水层用乙酸乙酯振摇提取3次(20ml、15ml、15ml),合并乙酸乙酯液,转移至100ml量瓶,加乙酸乙酯至刻度,摇匀,即得。■[修订]

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各

1μl,注入气相色谱仪,测定,即得。

本品每1g含薄荷脑($C_{10}H_{20}O$)不得少于4.7mg。

【功能与主治】 舒筋活血,消肿止痛。用于风中经络、脉络瘀滞所致的头面疼痛、口眼歪斜,或跌打损伤所致的局部肿痛;头面部神经痛、面神经麻痹、急慢性软组织损伤见上述证候者。

【用法与用量】 涂患处或有关穴位。一日2~3次。

【注意】 孕妇慎用;皮肤破损处不宜使用;偶有过敏性皮疹,停药后即可恢复。

【规格】 每瓶装20ml

【贮藏】 密封,置阴凉处。

腰痛宁胶囊

Yaotongning Jiaonang

【处方】 马钱子粉(调制)　土鳖虫
川牛膝　甘草
麻黄　乳香(醋制)
没药(醋制)　全蝎
僵蚕(麸炒)　麸炒苍术

【性状】 本品为硬胶囊,内容物为黄棕色至黄褐色的粉末;气微香,味微苦。

【鉴别】 (1)取本品,置显微镜下观察:不规则团块无色或淡黄色,表面及周围扩散出众多小颗粒,久置溶化(乳香)。不规则碎块淡黄色,半透明,渗出油滴(没药)。单细胞非腺毛,多碎断,形似纤维,基部膨大似石细胞(马钱子粉)。气孔特异,保卫细胞侧面似电话听筒状(麻黄)。体壁碎片淡黄色至黄色,有网状纹理及圆形毛窝,有时可见棕褐色刚毛(全蝎)。纤维束周围薄壁细胞含草酸钙方晶,形成晶纤维(甘草)。体壁碎片无色,表面有极细的菌丝体(僵蚕)。体壁碎片黄色或棕红色,有圆形毛窝,直径8~24μm,有的具长短不一的刚毛(土鳖虫)。

(2)取本品内容物1g,加三氯甲烷10ml,浓氨试液0.5ml,超声处理15分钟,滤过,滤液作为供试品溶液。另取马钱子碱对照品及士的宁对照品,分别加三氯甲烷制成每1ml含0.1mg及0.4mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各4~10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(8:6:0.5:2)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(3)取本品内容物15g,置500ml圆底烧瓶中,加水300ml,连接挥发油提取器,自测定器顶端加水至刻度,并溢流入瓶中为止,再加入正己烷1ml,微沸提取2小时,放冷,分取正己烷液,作为供试品溶液,水溶液备用。另取苍术对照药材0.5g,加正己烷2ml,超声处理15分钟,滤过,滤液作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述供试品溶液10μl、对照药材溶液5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60~90℃)-乙酸乙酯(10:0.1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

(4)取〔鉴别〕(3)项下的备用水溶液,滤过,滤液浓缩至约80ml,滤过,残渣用水洗涤2次,每次10ml,与滤液合并,加乙醚提取3次,每次30ml,弃去乙醚液,水溶液再用三氯甲烷振摇提取4次,每次30ml,合并三氯甲烷液,蒸干,残渣加三氯甲烷1ml使溶解,作为供试品溶液。另取川牛膝对照药材1g,加水100ml,加热回流1小时,滤过,滤液自"加乙醚提取3次"起同供试品溶液操作,制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-三氯甲烷-丙酮(8:4:1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(5)取本品内容物4.5g,加10%乙醇50ml,加1mol/L盐酸溶液10ml,加热回流1小时,滤过,滤液中加盐酸2.3ml,加热回流2小时,放冷,滤过,滤液加三氯甲烷振摇提取3次,每次10ml,合并三氯甲烷提取液,用5%碳酸钠溶液振摇提取3次,每次10ml,合并碳酸钠溶液,用乙醚提取3次,每次5ml,弃去乙醚液,水液加盐酸调pH值为1~2,用三氯甲烷振摇提取3次,每次10ml,合并三氯甲烷液,蒸干,残渣加无水乙醇1ml使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材0.2g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点样于同一高效硅胶G薄层板上,以石油醚(30~60℃)-正己烷-乙酸乙酯-冰醋酸(5:15:7:0.5)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛的10%硫酸乙醇溶液,在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同颜色的主斑点。

【检查】 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。

【指纹图谱】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈为流动相A,以含0.2%甲酸和0.2%三乙胺的水溶液为流动相B,按下表中的规定进行梯度洗脱;柱温为25℃;检测波长为254nm。理论板数按士的宁峰计算应不低于6000。

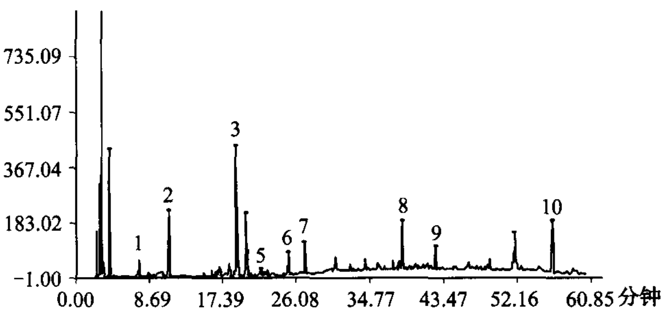
时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~20	8→18	92→82
20~50	18→98	82→2
50~60	98	2

参照物溶液的制备　取士的宁对照品适量，加三氯甲烷制成每1ml含0.5mg的溶液。精密量取上述对照品溶液2ml，置10ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得(每1ml中含士的宁0.1mg)。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，混匀，取2.0g，精密称定，置50ml具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，再加入浓盐酸0.63ml，密塞，摇匀，称定重量，超声处理(功率450W，频率40kHz)45分钟，取出，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，记录60分钟的色谱图，测定，即得。

按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算，供试品指纹图谱与对照指纹图谱的相似度不得低于■0.87■[订正]。



对照指纹图谱

【含量测定】　**马钱子粉**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.01mol/L庚烷磺酸钠与0.02mol/L磷酸二氢钾等量混合溶液(用10%磷酸调节pH值2.8)(21∶79)为流动相；检测波长为260nm。理论板数按士的宁峰计算应不低于4000。

对照品溶液的制备　分别取士的宁对照品、马钱子碱对照品适量，精密称定，加三氯甲烷制成每1ml分别含0.5mg、0.25mg的溶液。分别精密量取上述两种对照品溶液各2ml，置同-10ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得混合对照品溶液(每1ml中含士的宁100μg和马钱子碱50μg)。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，研细，取1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入三氯甲烷20ml、氢氧化钠试液1ml，密塞，摇匀，称定重量，放置30分钟，加热回流1小时，放冷，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液2ml，置5ml的量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含马钱子粉以士的宁($C_{21}H_{22}N_2O_2$)计，应为1.15～1.40mg；以马钱子碱($C_{23}H_{26}N_2O_4$)计，应为0.55～0.90mg。

麻黄　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.02mol/L磷酸二氢钾溶液(含0.2%三乙胺，用磷酸调节pH值为2.7)(3∶97)为流动相；检测波长为210nm。理论板数按盐酸麻黄碱峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　分别取盐酸麻黄碱和盐酸伪麻黄碱对照品适量，精密称定，加0.025 mol/L盐酸溶液制成每1ml含盐酸麻黄碱25μg和盐酸伪麻黄碱15μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物适量，研细，取5g，精密称定，置1000ml蒸馏瓶中，加入氯化钠7g，加蒸馏水30ml，再加20%氢氧化钠溶液100ml，混匀，蒸馏，用预先盛0.5mol/L盐酸溶液4ml的100ml量瓶收集蒸馏液近95ml，加水至刻度，摇匀，放置过夜，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含麻黄以盐酸麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)及盐酸伪麻黄碱($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)总量计，不得少于0.10mg。

甘草　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.2mol/L醋酸铵溶液(每100ml含醋酸1ml)(60∶40)为流动相；检测波长为250nm。理论板数按甘草酸铵峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备　取甘草酸铵对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含85μg的溶液，即得■(相当于每1ml含甘草酸83.26μg■[修订])。

供试品溶液的制备　取装量差异项下的本品内容物，研细，取约2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入三氯甲烷25ml，密塞，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放至室温，滤过，■弃去滤液■[修订]挥干，将滤纸与药渣放回具塞锥形瓶中，精密加入流动相25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率40kHz)30分钟，放冷，再称定重量，用流动相补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每粒含甘草以甘草酸($C_{42}H_{62}O_{16}$)计，不得少于0.30mg。

【功能与主治】　消肿止痛，疏散寒邪，温经通络。用于寒湿瘀阻经络所致的腰椎间盘突出症、坐骨神经痛、腰肌劳损、腰肌纤维炎、风湿性关节痛，症见腰腿痛、关节痛及肢体活动受限者。

【用法与用量】　黄酒兑少量温开水送服。一次4～6粒，一日1次。睡前半小时服或遵医嘱。

【注意】 孕妇及儿童禁用;心脏病、高血压及脾胃虚寒者慎用;不可过量久服。

【规格】 每粒装 0.3g

【贮藏】 密封。

■**附:马钱子粉(调制)**

〔制法〕 取制马钱子,粉碎成细粉,照〔含量测定〕项下的方法测定士的宁含量后,加适量淀粉,使含量符合规定,混匀,即得。

〔性状〕 本品为黄褐色粉末;气微香,味极苦。

〔鉴别〕 取本品粉末 0.5g,加三氯甲烷-乙醇(10:1)混合溶液 5ml 与浓氨试液 0.5ml,密塞,振摇 5 分钟,放置 2 小时,滤过,滤液作为供试品溶液。另取士的宁对照品、马钱子碱对照品,加三氯甲烷制成每 1ml 各含 2mg 的混合溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 10μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(4:5:0.6:0.4)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

〔检查〕 水分 照水分测定法(附录Ⅸ H 第一法)测定,不得过 14.0%。

〔含量测定〕 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.01mol/L 庚烷磺酸钠与 0.02mol/L 磷酸二氢钾等量混合溶液(用 10%磷酸调节 pH 值至 2.8)(21:79)为流动相;检测波长为 260nm。理论板数按士的宁峰计算应不低于 5000。

对照品溶液的制备 分别取士的宁对照品、马钱子碱对照品适量,精密称定,分别加三氯甲烷制成每 1ml 含 0.6mg 及 0.5mg 的溶液,摇匀。分别精密量取 2ml,置同一 10ml 量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,即得(每 1ml 中含士的宁 0.12mg、马钱子碱 0.1mg)。

供试品溶液的制备 取本品粉末约 0.5g,精密称定,置具塞锥形瓶中,加氢氧化钠试液 3ml,混匀,放置 30 分钟,精密加入三氯甲烷 20ml,密塞,称定重量,置水浴中回流提取 2 小时,放冷,再称定重量,用三氯甲烷补足减失的重量,摇匀,分取三氯甲烷提取液,用铺有少量无水硫酸钠的滤纸滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液 3ml,置 10ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各 10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品按干燥品计算,含士的宁($C_{21}H_{22}N_2O_2$)应为 1.09%～1.15%。

〔性味与归经〕 苦,温;有大毒。归肝、脾经。

〔功能与主治〕 通络止痛,散结消肿。

〔用法〕 入腰痛宁胶囊用。

〔贮藏〕 密闭保存,置干燥处。■[增订]

新清宁片

Xinqingning Pian

【处方】 熟大黄 300g

【制法】 取熟大黄粉碎成细粉,加乙醇适量,制成颗粒,干燥,加淀粉及硬脂酸镁适量,混匀,压制成1000片,包糖衣■或薄膜衣■[增订],即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订],除去■包■[增订]衣后显棕黑色;味微苦、涩。

【鉴别】 (1)取本品,除去■包■[增订]衣,研细,取粉末少量,进行微量升华,可见菱状针晶或羽状结晶。

(2)取本品,除去■包■[增订]衣,研细,取 0.1g,加甲醇 20ml,浸渍 1 小时,滤过,取滤液 5ml,蒸干,残渣加水 10ml 使溶解,再加盐酸 1ml,置水浴上加热回流 30 分钟,立即冷却,用乙醚振摇提取 2 次,每次 20ml,合并提取液,蒸干,残渣加三氯甲烷 1ml 使溶解,作为供试品溶液。另取大黄对照药材 0.1g,同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各 4μl,分别点于同一硅胶 H 薄层板上,以石油醚(30～60℃)-甲酸乙酯-甲酸(15:5:1)的上层溶液为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的五个橙黄色荧光主斑点;置氨蒸气中熏后,斑点变为红色。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇-1%磷酸溶液(35:37:28)为流动相;检测波长为 254nm。理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000。

对照品溶液的制备 取大黄素对照品、大黄酚对照品适量,精密称定,分别加甲醇制成每 1ml 含大黄素 20μg、含大黄酚 40μg 的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品 20 片,除去■包■[增订]衣,精密称定,研细,取约 0.1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇 50ml,密塞,称定重量,加热回流 1.5 小时,取出,放冷,再称定重量,用甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,精密量取续滤液 25ml,回收甲醇至干,残渣加盐酸溶液(2→27) 27ml,加入三氯甲烷 20ml,置水浴中加热回流 30 分钟,立即冷却,移至分液漏斗中,用少量三氯甲烷洗涤容器,洗液并入同一分液漏斗中,分取三氯甲烷层,水液用三氯甲烷振摇提取 3 次(15ml,10ml,10ml),弃去水液,合并三氯甲烷液,以无水硫酸钠适量脱水,滤过,滤液回收三氯甲烷至干,残渣加乙酸乙酯 2ml 使溶解,置 10ml 量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各

10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含熟大黄以大黄素（$C_{15}H_{10}O_5$）和大黄酚（$C_{15}H_{10}O_4$）的总量计，不得少于1.8mg。

【功能与主治】 清热解毒，泻火通便。用于内结实热所致的喉肿、牙痛、目赤、便秘、下痢、发热；感染性炎症见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次3～5片，一日3次；必要时可适当增量；学龄前儿童酌减或遵医嘱；用于便秘，临睡前服5片。

■**【规格】** 薄膜衣片每片重0.31g■[增订]

【贮藏】 密封。

精制冠心片

Jingzhi Guanxin Pian

【处方】 丹参375g　赤芍187.5g　川芎187.5g　红花187.5g　降香125g

【制法】 以上五味，降香提取挥发油，蒸馏后的水溶液另器收集；其余赤芍等四味用85%乙醇加热回流二次，第一次3小时，第二次2小时，滤过，合并滤液，回收乙醇，与上述水溶液合并，减压浓缩至相对密度为1.35～1.40(50℃)的稠膏，加辅料适量，制成颗粒，干燥，加入降香挥发油，混匀，压制成1000片，包糖衣■或薄膜衣■[增订]，即得。

【性状】 本品为糖衣片■或薄膜衣片■[增订]，除去■包衣■[修订]后显棕褐色；气微香，味微苦、辛。

【鉴别】 (1)取本品5片，除去■包衣■[修订]，研细，加乙醚20ml，超声处理5分钟，滤过，滤液作为供试品溶液。另取川芎对照药材1g，加乙醇10ml，同法制成对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-乙酸乙酯(9：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中，在与对照药材色谱相应的位置上，显相同的亮蓝色荧光斑点。

(2)取本品5片，除去■包衣■[修订]，研细，加无水乙醇25ml，加热回流1小时，滤过，滤液蒸干，残渣加水10ml使溶解，用乙醚振摇提取2次，每次10ml，弃去乙醚液，水溶液用以水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次15ml，合并正丁醇液，蒸干，残渣加无水乙醇2ml使溶解，作为供试品溶液。另取芍药苷对照品，加乙醇制成每1ml含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取供试品溶液10μl、对照品溶液5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以三氯甲烷-乙酸乙酯-甲醇-甲酸(40：5：10：0.2)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以5%硫酸乙醇溶液，在105℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中，在与对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

【检查】 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(80：20)；检测波长为270nm。理论板数按丹参酮$Ⅱ_A$峰计算应不低于3000。

对照品溶液的制备 取丹参酮$Ⅱ_A$对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1ml含20μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品10片，除去■包衣■[修订]，精密称定，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理(功率250W，频率33kHz)15分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每片含丹参以丹参酮$Ⅱ_A$（$C_{19}H_{18}O_3$）计，不得少于0.20mg。

【功能与主治】 活血化瘀。用于瘀血内停所致的胸痹，症见胸闷、心前区刺痛；冠心病心绞痛见上述证候者。

【用法与用量】 口服。一次6～8片，一日3次。

■**【规格】** 薄膜衣片　(1)每片重0.32g　(2)每片重0.38g■[增订]

【贮藏】 密封。

颠茄片

Dianqie Pian

【处方】 颠茄浸膏10g

【制法】 取颠茄浸膏，加辅料适量，压制成1000片，即得。

【性状】 本品为浅棕色或棕色的片。

■**【鉴别】** 取本品20片，研细，加浓氨试液1ml和乙醚30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液挥干，残渣加甲醇0.5ml使溶解，作为供试品溶液。另取硫酸天仙子胺对照品、硫酸阿托品对照品，分别加甲醇制成每1ml各含3mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验，吸取上述三种溶液各10～20μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以丙酮-水-浓氨试液(90：7：3)为展开剂，展开，取出，晾干，置100～105℃干燥5分钟，放冷，喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中，在与硫酸天仙子胺对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；再喷以10%亚硝酸钠溶液，放置5～15分钟，供试品色谱中，在与硫酸天仙子胺对照品相应位置上的斑点应由橘黄色或棕色变为红棕色。

【检查】 **阿托品** 在喷以10%亚硝酸钠溶液的〔鉴别〕色谱图中，供试品色谱中的主斑点不得出现与硫酸阿托品一致的灰蓝色斑点。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【特征图谱】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇为流动相A,0.05%磷酸溶液为流动相B,按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为344nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于5000。

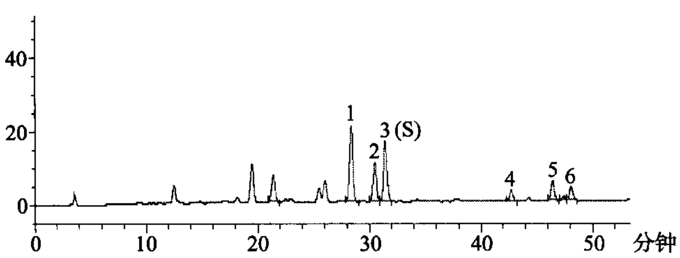
时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0~5	3→15	97→85
5~60	15→60	85→40

参照物溶液的制备 取东莨菪内酯对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含6μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品100片,精密称定,研细,精密称取约相当于50片的量,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇25ml,称定重量,超声处理(功率400W,频率58kHz)15分钟,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

供试品特征图谱中应有6个特征峰,与参照物峰相应的峰为S峰,计算各特征峰与S峰的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的±5%之内。规定值为0.897(峰1)、0.965(峰2)、1.000[峰3(S)]、1.354(峰4)、1.473(峰5)、1.528(峰6)。计算峰1、峰5与S峰的相对峰面积,峰1的相对峰面积不得小于0.30,峰5的相对峰面积不得小于0.10。



对照特征图谱

峰3(S):东莨菪内酯

参考色谱柱:月旭公司XB C_{18}(250×4.5mm,5μm)

【含量测定】 **硫酸天仙子胺** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.25%十二烷基磺酸钠的0.004%磷酸溶液(40∶60)为流动相;检测波长为210nm。理论板数按硫酸天仙子胺峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取硫酸天仙子胺对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml中含0.2mg的溶液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与〔特征图谱〕项下供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含生物碱以硫酸天仙子胺($C_{34}H_{46}N_2O_6 \cdot H_2SO_4$)计,应为0.070~0.120mg。

东莨菪内酯 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 同〔特征图谱〕项下。

对照品溶液的制备 同〔特征图谱〕项下参照物溶液的制备。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与〔特征图谱〕项下的供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每片含东莨菪内酯($C_{10}H_8O_4$)不得少于2.2μg。■[修订]

【适应症】 抗胆碱药,解除平滑肌痉挛,抑制腺体分泌。用于胃及十二指肠溃疡,胃肠道、肾、胆绞痛等。

【用法与用量】 口服。一次10~30mg,一日30~90mg;极量,一次50mg,一日150mg。

【注意】 青光眼患者忌服。

【规格】 每片含颠茄浸膏10mg

【贮藏】 密封。

颠 茄 酊

Dianqie Ding

【处方】 颠茄草 1000g

【制法】 取颠茄草粗粉,照颠茄浸膏的〔制法〕项下制得稠膏,测定生物碱的含量后,加85%乙醇适量,并用水稀释,使含生物碱和乙醇量均符合规定,静置,俟澄清,滤过,即得。

【性状】 本品为棕红色或棕绿色的液体;气微臭。

■**【鉴别】** 取本品7ml,加水10ml,加浓氨试液1ml,摇匀,用乙醚30ml振摇提取,乙醚液挥干,残渣加甲醇0.5ml使溶解,作为供试品溶液。另取硫酸天仙子胺对照品、硫酸阿托品对照品,分别加甲醇制成每1ml各含3mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各10~20μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以丙酮-水-浓氨试液(90∶7∶3)为展开剂,展开,取出,晾干,置100~105℃干燥5分钟,放冷,喷以稀碘化铋钾试液。供试品色谱中,在与硫酸天仙子胺对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点;再喷以10%亚硝酸钠溶液,放置5~15分钟,供试品色谱中,在与硫酸天仙子胺对照品相应位置上的斑点应由橘黄色或棕色变为红棕色。

【检查】 **阿托品** 在喷以10%亚硝酸钠溶液的〔鉴别〕色谱图中,供试品色谱中的主斑点不得出现与硫酸阿托品一致的灰蓝色斑点。

乙醇量 应为60%~70%(附录Ⅸ M)。

其他 应符合酊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ N)。

【特征图谱】 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇为流动相A,0.05%磷酸溶液为流动相B,

按下表中的规定进行梯度洗脱;检测波长为344nm。理论板数按东莨菪内酯峰计算应不低于5000。

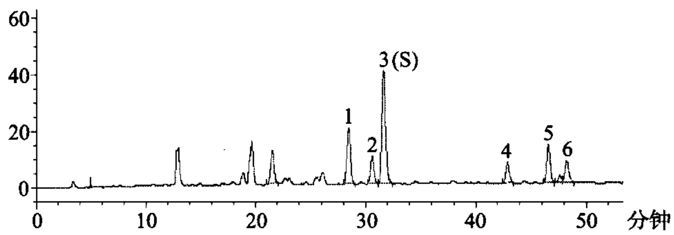
时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～5	3→15	97→85
5～60	15→60	85→40

参照物溶液的制备 取东莨菪内酯对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml含10μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品滤过,取续滤液,即得。

测定法 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

供试品特征图谱中应有6个特征峰,与参照物峰相应的峰为S峰,计算各特征峰与S峰的相对保留时间,其相对保留时间应在规定值的±5%之内。规定值为0.897(峰1)、0.965(峰2)、1.000[峰3(S)]、1.354(峰4)、1.473(峰5)、1.528(峰6)。计算峰1、峰5与S峰的相对峰面积,峰1的相对峰面积不得小于0.30,峰5的相对峰面积不得小于0.10。



对照特征图谱

峰3(S):东莨菪内酯

参考色谱柱:月旭公司XB C_{18}(250×4.5mm,5μm)

【含量测定】 **硫酸天仙子胺** 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.25%十二烷基磺酸钠的0.004%磷酸溶液(40∶60)为流动相;检测波长为210nm。理论板数按硫酸天仙子胺峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备 取硫酸天仙子胺对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1ml中含0.25mg的溶液,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与〔特征图谱〕项下供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含生物碱以硫酸天仙子胺($C_{34}H_{46}N_2O_6 \cdot H_2SO_4$)计,应为0.25～0.36mg。

东莨菪内酯 照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 同〔特征图谱〕项下。

对照品溶液的制备 同〔特征图谱〕项下参照物溶液的制备。

测定法 分别精密吸取对照品溶液与〔特征图谱〕项下的供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含东莨菪内酯($C_{10}H_8O_4$)不得少于8.0μg。■[修订]

【适应症】 抗胆碱药,解除平滑肌痉挛,抑制腺体分泌。用于胃及十二指肠溃疡,胃肠道、肾、胆绞痛等。

【用法与用量】 口服。常用量:一次0.3～1ml,一日1～3ml;极量:一次1.5ml,一日4.5ml。

【注意】 青光眼患者忌服。

【贮藏】 遮光,密封,置阴凉处。

藿香正气口服液

Huoxiang Zhengqi Koufuye

【处方】

苍术 80g	陈皮 80g
厚朴(姜制)80g	白芷 120g
茯苓 120g	大腹皮 120g
生半夏 80g	甘草浸膏 10g
广藿香油 0.8ml	紫苏叶油 0.4ml

【制法】 以上十味,厚朴加60%乙醇加热回流1小时,取乙醇液备用;苍术、陈皮、白芷加水蒸馏,收集蒸馏液,蒸馏后的水溶液滤过,备用;大腹皮加水煎煮二次,滤过;茯苓加水煮沸后于80℃温浸二次,滤过;生半夏用水泡至透心后,另加干姜6.8g,加水煎煮二次,滤过。合并上述各滤液,浓缩至相对密度为1.10～1.20(50℃)的清膏,加入甘草浸膏,混匀,加入2倍量乙醇使沉淀,滤过,滤液与厚朴乙醇提取液合并,回收乙醇,加入广藿香油、紫苏叶油及上述蒸馏液,混匀,加水使全量成1025ml,用氢氧化钠溶液调节pH值至5.8～6.2,静置,滤过,灌装,灭菌,即得。

【性状】 本品为棕色的澄清液体;味辛、微甜。

【鉴别】 (1)取本品20ml,用石油醚(30～60℃)振摇提取2次,每次25ml,合并石油醚提取液,低温蒸干,残渣加乙酸乙酯1ml使溶解,作为供试品溶液。另取百秋李醇对照品,加乙酸乙酯制成每1ml含1mg的溶液。再取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品,分别加甲醇制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取供试品溶液10μl、对照品溶液各5μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯-甲酸(85∶15∶2)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%香草醛硫酸溶液,在100℃加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与百秋李醇对照品色谱相应的位置上,显相同的紫红色斑点;在与厚朴酚、和厚朴酚对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(2)取本品20ml,加乙醚20ml,振摇提取,分取乙醚层,挥至约2ml,作为供试品溶液。另取欧前胡素对照品,加乙醚制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以环己烷-乙酸乙酯(4∶1)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中,在与对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的荧光斑点。

(3)取苍术对照药材1g,加甲醇10ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加甲醇1ml使溶解,作为对照药材溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取〔鉴别〕(2)项下供试品溶液及上述对照药材溶液各10μl,分别点于硅胶G薄层板上,以石油醚(60～90℃)-乙酸乙酯(19：1)为展开剂,展开,取出,晾干,喷以5%对二甲氨基苯甲醛的10%硫酸乙醇溶液,加热至斑点显色清晰。供试品色谱中,在与对照药材色谱相应的位置上,显相同的一个污绿色主斑点。

(4)取本品30ml,■用稀盐酸调节pH值至4.4以下,■〔增订〕用乙醚振摇提取2次,每次10ml,弃去乙醚液,用水饱和的正丁醇振摇提取3次,每次10ml,合并正丁醇液,用水洗涤2次,每次10ml,弃去水液,正丁醇液蒸干,残渣加甲醇2ml使溶解,作为供试品溶液。另取甘草对照药材1g,加乙醚20ml,加热回流15分钟,滤过,弃去乙醚液,药渣挥干溶剂,加甲醇20ml,超声处理30分钟,滤过,滤液蒸干,残渣加水20ml使溶解,用正丁醇振摇提取3次,同法制成对照药材溶液。再取甘草酸铵对照品,加甲醇制成每1ml含2mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅵ B)试验,吸取上述三种溶液各4μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以正丁醇-甲醇-氨溶液(8→10)(5：1.5：2)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视。供试品色谱中,在与■对照药材色谱和■〔修订〕对照品色谱相应的位置上,显相同颜色的斑点。

(5)取本品15ml,通过十八烷基硅烷键合硅胶固相萃取小柱(先依次用甲醇10ml、甲醇-水(1：10)3ml与水6ml冲洗),用水3ml冲洗,真空抽滤3分钟,再用丙酮洗脱,收集洗脱液2ml,作为供试品溶液。另取紫苏烯对照品、紫苏醛对照品,加无水乙醇制成每1ml含紫苏烯0.1mg与紫苏醛0.2mg的混合溶液,作为对照品溶液。照气相色谱法(附录Ⅵ E)试验,以50%苯基-50%甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱(柱长为30m,柱内径为0.25mm,膜厚度为0.25μm);柱温为程序升温:初始温度为60℃,保持1分钟,以每分钟4℃的速率升温至150℃,保持1分钟,再以每分钟15℃的速率升温至250℃,保持3分钟;分流比20：1。分别吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl,注入气相色谱仪。供试品色谱中应呈现与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

【检查】 **相对密度**　应不低于1.01(附录Ⅶ A)。

pH值　应为4.5～6.5(附录Ⅶ G)。

其他　应符合合剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ J)。

【含量测定】 **厚朴**　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-异丙醇-水(36：21：36)为流动相;检测波长为294nm。理论板数按厚朴酚峰计算应不低于5000。

对照品溶液的制备　取厚朴酚对照品、和厚朴酚对照品适量,精密称定,分别加甲醇制成每1ml含厚朴酚0.1mg、和厚朴酚0.05mg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　精密量取本品5ml,加盐酸2滴,用三氯甲烷振摇提取3次,每次10ml,合并三氯甲烷液,蒸干,残渣用甲醇溶解,转移至10ml量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含厚朴以厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)与和厚朴酚($C_{18}H_{18}O_2$)的总量计,不得少于0.30mg。

陈皮　照高效液相色谱法(附录Ⅵ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-0.4%醋酸溶液(35：65)为流动相;检测波长为283nm。理论板数按橙皮苷峰计算应不低于2000。

对照品溶液的制备　取橙皮苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含60μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备　精密量取本品10ml,置25ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

测定法　分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各5μl,注入液相色谱仪,测定,即得。

本品每1ml含陈皮以橙皮苷($C_{28}H_{34}O_{15}$)计,不得少于0.10mg。

【功能与主治】　解表化湿,理气和中。用于外感风寒、内伤湿滞或夏伤暑湿所致的感冒,症见头痛昏重、胸膈痞闷、脘腹胀痛、呕吐泄泻;胃肠型感冒见上述证候者。

【用法与用量】　口服。一次5～10ml,一日2次,用时摇匀。

【规格】　每支装10ml

【贮藏】　密封。

附:紫苏叶油标准

紫苏叶油

本品为唇形科植物紫苏 *Perilla frutescens*(L.)Britt. 的干燥叶(或带嫩枝叶)经水蒸气蒸馏提取的挥发油。

〔性状〕　本品为浅黄色或黄色的澄清液体,有紫苏的特异香气,味微辛辣。露置空气中或贮存日久,色渐变深,质渐浓稠。

本品在乙醇、乙醚或石油醚中易溶,在水中几乎不溶。

比旋度　取本品5g,精密称定,置100ml量瓶中,加乙醇适量使溶解,摇匀,20℃恒温1小时,定容至刻度,依法测定(附录Ⅶ E),比旋度应为－96°～－180°。

折光率　应为1.485～1.495(附录Ⅶ F)。

〔鉴别〕　取本品约30mg,加无水乙醇-正己烷(1：1)混合溶液1ml,摇匀,作为供试品溶液。另取紫苏叶油对照提取物30mg,同法制成对照提取物溶液。再取紫苏醛对照品适量,加无水乙醇-正己烷(1：1)混合溶液制成每1ml含1mg的溶液,作为对照品溶液。照气相色谱法(附录Ⅵ E)试验,以交联5%苯基甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱(柱长为30m,内径为0.32mm,膜厚度为0.25μm);柱温为程序升温:

初始温度为60℃,保持10分钟,以每分钟8℃的速率升温至115℃,保持30分钟,再以每分钟15℃的速率升温至230℃,保持5分钟,分流比30∶1。分别吸取以上三种溶液各1μl,注入气相色谱仪,记录色谱图。除溶剂峰外,供试品色谱中应呈现与对照提取物色谱峰保留时间相同的主色谱峰,与对照品色谱峰保留时间相同的色谱峰。

〔检查〕 乙醇中的不溶物 取本品1ml,加乙醇5ml,摇匀,溶液应澄清(25℃)。

〔含量测定〕 照气相色谱法(附录Ⅵ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以交联5%苯基甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱(柱长为30m,柱内径为0.32mm,膜厚度为0.25μm);柱温为程序升温:初始温度为60℃,保持10分钟,以每分钟8℃的速率升温至115℃,保持2分钟,再以每分钟30℃的速率升温至230℃,保持4分钟;分流比15∶1。理论板数以紫苏醛峰计算应不低于50 000。

对照品溶液的制备 取紫苏醛对照品、紫苏烯对照品适量,精密称定,加无水乙醇-正己烷(1∶1)混合溶液制成每1ml分别含紫苏醛1mg、紫苏烯1mg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备 取本品约20mg,精密称定,置10ml量瓶中,加无水乙醇-正己烷(1∶1)混合溶液至刻度,摇匀,即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液和供试品溶液各1μl,注入气相色谱仪,测定,即得。

本品含紫苏烯($C_{10}H_{14}O$)不得少于20%;含紫苏醛($C_{10}H_{14}O$)不得少于25%。

新增附录

附录ⅡE 国家药品标准物质通则

国家药品标准物质系指供国家法定药品标准中药品的物理、化学及生物学等测试用，具有确定的特性或量值，用于校准设备、评价测量方法、给供试药品赋值或鉴别用的物质。

国家药品标准物质应具备稳定性、均匀性和准确性。

国家药品标准物质在分级分类、建立、使用、稳定性监测、标签说明书、储存及发放应符合下列有关规定。

一、国家药品标准物质的分级与分类

国家药品标准物质共分为两级。

一级国家药品标准物质：具有很好的质量特性，其特征量值采用定义法或其他精准、可靠的方法进行计量。

二级国家药品标准物质：具有良好的质量特性，其特征量值采用准确、可靠的方法或直接与一级标准物质相比较的方法进行计量。

国家药品标准物质共分为五类。

标准品 系指含有单一成分或混合组分，用于生物检定、抗生素或生化药品中效价、毒性或含量测定的国家药品标准物质。其生物学活性以国际单位（IU）、单位（U）或以重量单位（g，mg，μg）表示。

对照品 系指含有单一成分、组合成分或混合组分，用于化学药品、抗生素、部分生化药品、药用辅料、中药材（含饮片）、提取物、中成药、生物制品（理化测定）等检验及仪器校准用的国家药品标准物质。

对照提取物 系指经特定提取工艺制备的含有多种主要有效成分或指标性成分，用于中药材（含饮片）、提取物、中成药等鉴别或含量测定用的国家药品标准物质。

对照药材 系指基原明确、药用部位准确的优质中药材经适当处理后，用于中药材（含饮片）、提取物、中成药等鉴别用的国家药品标准物质。

参考品 系指用于定性鉴定微生物（或其产物）或定量检测某些制品生物效价和生物活性的国家药品标准物质，其效价以特定活性单位表示；或指由生物试剂、生物材料或特异性抗血清制备的用于疾病诊断的参考物质。

二、国家药品标准物质的建立

建立国家药品标准物质的工作包括：确定品种、获取候选药品标准物质、确定标定方案、分析标定、审核批准和分包装。

1. 品种的确定

除另有规定外，根据国家药品标准制定或修订所提出的使用要求（品种、用途等），确定需要制备的品种。

2. 候选药品标准物质的获取

候选标准品、对照品及参考品应从正常工艺生产的原料中选取一批质量满意的产品或从中药材（含饮片）中提取获得。

候选对照提取物应从基原明确的中药材（含饮片）或其他动植物中提取获得。

候选对照药材应从基原和药用部位明确的中药材获得。

3. 国家药品标准物质的标定

国家药品标准物质的标定须经3家以上国家药品监督管理部门认可的实验室协作完成。参加标定单位应采用统一的设计方案、统一的方法和统一的记录格式，标定结果应经统计学处理（需要至少5次独立的有效结果）。国家药品标准物质的标定结果一般采用各参加单位标定结果的均值表示。

国家药品标准物质的标定包括定性鉴别、结构鉴定、纯度分析、量值确定和稳定性考察等。

4. 分装、包装

国家药品标准物质的分包装条件参照药品GMP要求执行，主要控制分包装环境的温度、湿度、光照及与安全性有关的因素等。

国家药品标准物质采用单剂量包装形式以保证使用的可靠性。包装容器所使用的材料应保证国家药品标准物质的质量。

三、国家药品标准物质的使用

国家药品标准物质供执行国家法定药品标准使用，包括校准设备、评价测量方法或者对供试药品进行鉴别或赋值等。

国家药品标准物质所赋量值只在规定的用途中使用有效。如果作为其他目的使用，其适用性由使用者自行决定。

国家药品标准物质单元包装一般供一次使用；标准物质溶液应临用前配制。否则，使用者应证明其适用性。

四、国家药品标准物质的稳定性监测

国家药品标准物质的发行单位应建立常规的质量保障体系，对其发行的国家药品标准物质进行定期监测，确保国家药品标准物质正常储存的质量。如果发现国家药品标准物质发生质量问题，应及时公示停止该批号标准物质的使用。

五、国家药品标准物质的储存

国家药品标准物质的储存条件根据其理化特性确定。除另有规定外，国家药品标准物质一般在室温条件下储存。

六、国家药品标准物质的标签及说明书

国家药品标准物质的标签应包括国家药品标准物质的名称、编号、批号、装量、用途、储存条件和提供单位等信息；供含量测定用的标准物质还应在标签上标明其含量信息。

国家药品标准物质的说明书除提供标签所标明的信息外，还应提供有关国家药品标准物质的组成、结构、来源等信息，必要时应提供对照图谱。

附录ⅩⅧH 国家药品标准物质制备指导原则

本指导原则用于规范和指导国家药品标准物质的制备，

保证国家药品标准的执行。

一、国家药品标准物质品种的确定

根据国家药品标准制定及修订的需要，确定药品标准物质的品种。

二、候选国家药品标准物质原料的选择

1.原料的选择应满足适用性、代表性及可获得性的原则。

2.原料的性质应符合使用要求。

3.原料的均匀性、稳定性及相应特性量值范围应适合该标准物质的用途。

三、候选国家药品标准物质的制备

1.根据候选药品标准物质的理化性质，选择合理的制备方法和工艺流程，防止相应特性量值的变化，并避免被污染。

2.对不易均匀的候选药品标准物质，在制备过程中除采取必要的均匀措施外，还应进行均匀性初检。

3.对相应特性量值不稳定的候选药品标准物质，在制备过程中应考察影响稳定性的因素，采取必要的措施保证其稳定性，并选择合适的储存条件。

4.当候选药品标准物质制备量大时，为便于保存可采取分级分装。

5.候选药品标准物质供应者须具备良好的实验条件和能力，并应提供以下资料。

(1)试验方法、量值、试验重复次数、必要的波谱及色谱等资料；

(2)符合稳定性要求的储存条件(温度、湿度和光照等)；

(3)候选药品标准物质引湿性研究结果及说明；

(4)加速稳定性研究结果；

(5)有关物质的鉴别及百分比，国家药品标准中主组分的相对响应因子等具体资料；

(6)涉及危害健康的最新的安全性资料。

四、候选国家药品标准物质的标定

候选药品标准物质按以下要求进行标定，必要时应与国际标准物质进行比对。

1.化学结构或组分的确证

(1)验证已知结构的化合物需要提供必要的理化参数及波谱数据，并提供相关文献及对比数据。如无文献记载，应提供完整的结构解析过程。

(2)对于不能用现代理化方法确定结构的药品标准物质，应选用适当的方法对其组分进行确证。

2.理化性质检查

应根据药品标准物质的特性和具体情况确定理化性质检验项目，如性状、熔点、比旋度、晶型以及干燥失重、引湿性等。

3.纯度及有关物质检查

应根据药品标准物质的使用要求确定纯度及有关物质的检查项，如反应中间体、副产物及相关杂质等。

4.均匀性检验

凡成批制备并分装成最小包装单元的候选药品标准物质，必须进行均匀性检验。对于分级分装的候选药品标准物质，凡由大包装分装成最小包装单元时，均应进行均匀性检验。

5.定值

符合上述要求后，方可进行定值。

定值的测量方法应经方法学考察证明准确可靠。应先研究测量方法、测量过程和样品处理过程所固有的系统误差和随机误差，如溶解、分离等过程中被测样品的污染和损失；对测量仪器要定期进行校准，选用具有可溯源的基准物；要有可行的质量保证体系，以保证测量结果的溯源性。

(1)定值原则

在测定一个候选化学标准品/对照品含量时，水分、有机溶剂、无机杂质和有机成分测定结果的总和应为100％。

(2)选用下列方式对候选药品标准物质定值

①采用高准确度的绝对或权威测量方法定值

测量时，要求两个以上分析者在不同的实验装置上独立地进行操作。

②采用两种以上不同原理的已知准确度的可靠方法定值

研究不同原理的测量方法的精密度，对方法的系统误差进行估计，采取必要的手段对方法的准确度进行验证。

③多个实验室协作定值

参加协作标定的实验室应具有候选药品标准物质定值的必备条件及相关实验室资质。每个实验室应采用规定的测量方法。协作实验室的数目或独立定值组数应符合统计学的要求。

五、候选国家药品标准物质的稳定性考察

1.候选药品标准物质应在规定的储存或使用条件下，定期进行相应特性量值的稳定性考察。

2.稳定性考察的时间间隔可以依据先密后疏的原则。在考察期间内应有多个时间间隔的监测数据。

(1)当候选药品标准物质有多个特性量值时，应选择易变的和有代表性的特性量值进行稳定性考察；

(2)选择不低于定值方法精密度和具有足够灵敏度的测量方法进行稳定性考察；

(3)考察稳定性所用样品应从总样品中随机抽取，抽取的样品数对于总体样品有足够的代表性；

(4)按时间顺序进行的测量结果应在测量方法的随机不确定度范围内波动。

修订附录

附录Ⅰ U 注射剂

注射剂系指饮片经提取、纯化后制成的供注入体内的溶液、乳状液及供临用前配制成溶液的粉末或浓溶液的无菌制剂。

注射剂可分为注射液、注射用无菌粉末和注射用浓溶液。

注射液 包括溶液型或乳状液型注射液，可用于肌内注射、静脉注射或静脉滴注等。其中，供静脉滴注用的大体积(除另有规定外，一般不小于100ml)注射液也称静脉输液。

注射用无菌粉末 系指供临用前用适宜的无菌溶液配制成溶液的无菌粉末或无菌块状物。可用适宜的注射用溶剂配制成注射，也可用静脉输液配制后静脉滴注。无菌粉末用冷冻干燥法或喷雾干燥法制得；无菌块状物用冷冻干燥法制得。

注射用浓溶液 系指临用前稀释供静脉滴注用的无菌浓溶液。

注射剂在生产与贮藏期间应符合下列有关规定。

一、除另有规定外，饮片应按各品种项下规定的方法提取、纯化、制成半成品，以半成品投料配制成品。

二、溶液型注射剂应澄明。乳状液型注射剂应稳定，不得有相分离现象，不得用于椎管注射；静脉用乳状液型注射液中乳滴的粒度90%应在1μm以下，不得有大于5μm的乳滴。除另有规定外，静脉输液应尽可能与血液等渗。

三、注射剂所用的原辅料应从来源及工艺等生产环节进行严格控制并应符合注射用的质量要求。注射剂所用溶剂必须安全无害，并不得影响疗效和药品质量，一般分为水性溶剂和非水性溶剂。水性溶剂最常用的为注射用水，也可用0.9%氯化钠溶液或其他适宜的水溶液。非水性溶剂常用的为植物油，主要为供注射用的大豆油，其他还有乙醇、丙二醇、聚乙二醇等溶剂。供注射用的非水性溶剂，应严格限制其用量，并应在品种项下进行相应的检查。

四、配制注射剂时，可根据药物的性质加入适宜的附加剂。如渗透压调节剂、pH值调节剂、增溶剂、抗氧剂、抑菌剂、乳化剂等。所用附加剂应不影响药物疗效，避免对检验产生干扰，使用浓度不得引起毒性或明显的刺激。常用的抗氧剂有亚硫酸钠、亚硫酸氢钠和焦亚硫酸钠，一般浓度为0.1%～0.2%；常用抑菌剂为0.5%苯酚、0.3%甲酚、0.5%三氯叔丁醇等。多剂量包装的注射液可加适宜的抑菌剂，抑菌剂的用量应能抑制注射液中微生物的生长，加有抑菌剂的注射液，仍应采用适宜的方法灭菌，静脉输液与脑池内、硬膜外、椎管内用的注射液均不得加抑菌剂。除另有规定外，一次注射量超过15ml的注射液，不得加抑菌剂。

五、注射剂常用容器有玻璃安瓿、玻璃瓶、塑料安瓿、塑料瓶(袋)等。容器的密封性，须用适宜的方法确证。除另有规定外，容器应符合有关注射用玻璃容器和塑料容器的国家标准规定。容器用胶塞特别是多剂量包装注射剂用的胶塞应有足够的弹性和稳定性，其质量应符合有关国家标准规定。除另有规定外，容器应足够透明，以便内容物的检视。

六、生产过程中应尽可能缩短注射剂的配制时间，防止微生物与热原的污染及药物变质。静脉输液的配制过程更应严格控制。制备乳状液型注射液过程中，应采取必要的措施，保证粒子大小符合质量标准的要求。注射用无菌粉末应按无菌操作制备。注射剂必要时应进行相应的安全性检查，如异常毒性、过敏反应、溶血与凝聚、降压物质、热原或细菌内毒素等，均应符合要求。

七、灌装标示装量不大于50ml的注射剂时，应按下表适当增加装量。除另有规定外，多剂量包装的注射剂，每一容器的装量不得超过10次注射量，增加装量应能保证每次注射用量。

标示装量/ml	增加量/ml	
	易流动液	黏稠液
0.5	0.10	0.12
1	0.10	0.15
2	0.15	0.25
5	0.30	0.50
10	0.50	0.70
20	0.60	0.90
50	1.0	1.5

接触空气易变质的药物，在灌装过程中，应排除容器内空气，可填充二氧化碳或氮等气体，立即熔封或严封。

八、熔封或严封后，一般应根据药物性质选用适宜的方法和条件及时灭菌，以保证制成品无菌。注射剂在灭菌时或灭菌后，应采用减压法或其他适宜的方法进行容器检漏。

九、除另有规定外，注射剂应遮光贮存。

十、注射剂所用辅料，在标签或说明书中应标明其名称，抑菌剂还应标明浓度；注射用无菌粉末应标明注射用溶剂。

十一、用于配制注射剂前的半成品，应检查重金属、砷盐，除另有规定外，含重金属不得过百万分之十(附录Ⅸ E第二法)，含砷盐不得过百万分之二(附录Ⅸ F第一法)。本检查需进行有机破坏。

除另有规定外，注射剂应进行以下相应检查。

【装量】 注射液和注射用浓溶液照下述方法检查，应符合规定。

检查法 标示装量不大于2ml者取供试品5支，2ml以上至50ml者取供试品3支；开启时注意避免损失，将内容物分别用相应体积的干燥注射器及注射针头抽尽，然后注入经标化的量入式量筒内(量筒的大小应使待测体积至少占其额定体积的40%)，在室温下检视。测定油溶液的装量时，应先加温摇匀，再用干燥注射器及注射针头抽尽后，同前法操作，放冷，检视，每支的装量均不得少于其标示量。

标示装量为 50ml 以上的注射液及注射用浓溶液照最低装量检查法(附录Ⅻ C)检查,应符合规定。

【装量差异】 除另有规定外,注射用无菌粉末照下述方法检查,应符合规定。

检查法 取供试品 5 瓶(支),除去标签、铝盖,容器外壁用乙醇擦净,干燥,开启时注意避免玻璃屑等异物落入容器中,分别迅速精密称定,倾出内容物,容器用水或乙醇洗净,在适宜条件下干燥后,再分别精密称定每一容器的重量,求出每瓶(支)的装量与平均装量。每瓶(支)装量与平均装量相比较,应符合表中规定。如有 1 瓶(支)不符合规定,应另取 10 瓶(支)复试,均应符合规定。

平 均 装 量	装量差异限度
0.05g 及 0.05g 以下	±15%
0.05g 以上至 0.15g	±10%
0.15g 以上至 0.50g	±7%
0.50g 以上	±5%

凡规定检查含量均匀度的注射用无菌粉末,一般不再进行装量差异检查。

【渗透压摩尔浓度】 除另有规定外,静脉输液及椎管注射用注射液按各品种项下的规定,照渗透压摩尔浓度测定法(附录Ⅺ F)检查,应符合规定。

【可见异物】 除另有规定外,照可见异物检查法(附录Ⅺ C)检查,应符合规定。

【不溶性微粒】 除另有规定外,溶液型静脉用注射液、溶液型静脉用注射用无菌粉末及注射用浓溶液照不溶性微粒检查法(附录Ⅸ R)检查,符合规定。

【有关物质】 按各品种项下规定,照注射剂有关物质检查法(附录Ⅺ S)检查,应符合有关规定。

■**【重金属及有害元素残留量】** 除另有规定外,照铅、镉、砷、汞、铜测定法(附录Ⅸ B)检查,按各品种项下每日最大使用量计算,铅不得超过 12μg,镉不得超过 3μg,砷不得超过 6μg,汞不得超过 2μg,铜不得超过 150μg。■[增订]

【无菌】 照无菌检查法(附录ⅩⅢ B)检查,应符合规定。

【热原】或**【细菌内毒素】** 除另有规定外,静脉用注射剂按各品种项下的规定,照热原检查法(附录ⅩⅢ A)或细菌内毒素检查法(附录ⅩⅢ D)检查,应符合规定。

附录Ⅱ B　药材和饮片检定通则

■药材和饮片的检定包括"性状"、"鉴别"、"检查"、"浸出物测定"、"含量测定"等。检定时应注意下列有关的各项规定。

一、检验样品的取样应按药材和饮片取样法(附录Ⅱ A)的规定进行。■[修订]

二、为了正确检验,必要时可用符合本版药典规定的相应标本作对照。

三、供试品如已破碎或粉碎,除"性状"、"显微鉴别"项可不完全相同外,其他各项应符合规定。

■四、"性状"系指药材和饮片的形状、大小、表面(色泽与特征)、质地、断面(折断面或切断面)及气味等特征。性状的观察方法主要用感官来进行,如眼看(较细小的可借助于扩大镜或体视显微镜)、手摸、鼻闻、口尝等方法。■[修订]

1. 形状是指药材和饮片的外形。观察时一般不需预处理,如观察很皱缩的全草、叶或花类时,可先浸湿使软化后,展平,观察。观察某些果实、种子类时,如有必要可浸软后,取下果皮或种皮,以观察内部特征。

■2. 大小是指药材和饮片的长短、粗细(直径)和厚薄。一般应测量较多的供试品,可允许有少量高于或低于规定的数值。测量时应用毫米刻度尺。对细小的种子或果实类,可将每 10 粒种子紧密排成一行,测量后求其平均值。测量时应用毫米刻度尺。

3. 表面是指在日光下观察药材和饮片的表面色泽(颜色及光泽度);如用两种色调复合描述颜色时,以后一种色调为主,例如黄棕色,即以棕色为主;以及观察药材和饮片表面的光滑、粗糙、皮孔、皱纹、附属物等外观特征。观察时,供试品一般不作预处理。

4. 质地是指用手折断药材和饮片时的感官感觉。

断面是指在日光下观察药材和饮片的断面色泽(颜色及光泽度),以及断面特征。如折断面不易观察到纹理,可削平后进行观察。

5. 气味是指药材和饮片的嗅感与味感。嗅感可直接嗅闻,或在折断、破碎或搓揉时进行。必要时可用热水湿润后检查。味感可取少量直接口尝,或加热水浸泡后尝浸出液。有毒药材和饮片如需尝味时,应注意防止中毒。

6. 药材和饮片不得有虫蛀、发霉及其他物质污染等异常现象。

五、"鉴别"系指检验药材和饮片真实性的方法,包括经验鉴别、显微鉴别、理化鉴别、聚合酶链式反应法等。

1. 经验鉴别系指用简便易行的传统方法观察药材和饮片的颜色变化、浮沉情况以及爆鸣、色焰等特征。

2. 显微鉴别法系指用显微镜对药材和饮片的切片、粉末、解离组织或表面以及含有饮片粉末的制剂进行观察,并根据组织、细胞或内含物等特征进行相应鉴别的方法。照显微鉴别法(附录Ⅱ C)项下的方法制片观察。

3. 理化鉴别系指用化学或物理的方法,对药材和饮片中所含某些化学成分进行的鉴别试验。包括一般鉴别、光谱及色谱鉴别等方法。■[修订]

(1)如用荧光法鉴别,将供试品(包括断面、浸出物等)或经酸、碱处理后,置紫外光灯下约 10cm 处观察所产生的荧光。除另有规定外,紫外光灯的波长为 365nm。

(2)如用微量升华法鉴别,取金属片或载玻片,置石棉网上,金属片或载玻片上放一高约 8mm 的金属圈,圈内放置适量供试品粉末,圈上覆盖载玻片,在石棉网下用酒精灯缓缓加热,至粉末开始变焦,去火待冷,载玻片上有升华物凝集。将载玻片反转后,置显微镜下观察结晶形状、色泽,或取升华物

加试液观察反应。

(3)如用光谱和色谱鉴别，常用的有紫外-可见分光光度法、红外分光光度法、薄层色谱法、高效液相色谱法、气相色谱法等。

■4.聚合酶链式反应法是指通过比较药材及饮片间DNA分子遗传多样性差异来鉴别药材的方法。■[增订]

■六、“检查”系指对药材和饮片的纯净程度、可溶性物质、有害或有毒物质进行的限量检查，包括水分、灰分、杂质、毒性成分、重金属及有害元素、二氧化硫残留、农药残留、黄曲霉毒素等。

除另有规定外，饮片水分通常不得过13%；药屑杂质通常不得过3%；药材及饮片(矿物类除外)的二氧化硫残留量不得过150 mg/kg。■[修订]

七、“浸出物测定”系指用水或其他适宜的溶剂对药材和饮片中可溶性物质进行的测定。

八、“含量测定”系指用化学、物理或生物的方法，对供试品含有的有关成分进行检测。

【注意】 (1)进行测定时，需粉碎的药材和饮片，应按正文标准项下规定的要求粉碎过筛，并注意混匀。

(2)检查和测定的方法按正文标准项下规定的方法或指定的有关附录方法进行。

(3)药材炮制项下仅规定除去杂质的炮制品，除另有规定外，应按药材标准检验。

附录Ⅱ C 显微鉴别法

显微鉴别法系指用显微镜对药材(饮片)切片、粉末、解离组织或表面制片及含饮片粉末的制剂中饮片的组织、细胞或内含物等特征进行鉴别的一种方法。鉴别时选择具有代表性的供试品，根据各品种鉴别项的规定制片。制剂根据不同剂型适当处理后制片。

一、药材(饮片)显微制片

1. 横切片或纵切片制片 取供试品欲观察部位，经软化处理后，用徒手或滑走切片法，切成10～20μm的薄片，必要时可包埋后切片。选取平整的薄片置载玻片上，根据观察对象不同，滴加甘油醋酸试液、水合氯醛试液或其他试液1～2滴，盖上盖玻片。必要时滴加水合氯醛试液后，在酒精灯上加热透化，并滴加甘油乙醇试液或稀甘油，盖上盖玻片。

2. 粉末制片 ■供试品粉末过四或五号筛■[修订]，挑取少许置载玻片上，滴加甘油醋酸试液、水合氯醛试液或其他适宜的试液，盖上盖玻片。必要时，按上法加热透化。

3. 表面制片 将供试品湿润软化后，剪取欲观察部位约$4mm^2$，一正一反置载玻片上，或撕取表皮，加适宜的试液或加热透化后，盖上盖玻片。

4. 解离组织制片 将供试品切成长约5mm、直径约2mm的段或厚约1mm的片，如供试品中薄壁组织占大部分，木化组织少或分散存在，采用氢氧化钾法，若供试品质地坚硬，木化组织较多或集成较大群束，采用硝铬酸法或氯酸钾法。

(1)氢氧化钾法 将供试品置试管中，加5%氢氧化钾溶液适量，加热至用玻璃棒挤压能离散为止，倾去碱液，加水洗涤后，取少量置载玻片上，用解剖针撕开，滴加稀甘油，盖上盖玻片。

(2)硝铬酸法 将供试品置试管中，加硝铬酸试液适量，放置至用玻璃棒挤压能离散为止，倾去酸液，加水洗涤后，照上法装片。

(3)氯酸钾法 将供试品置试管中，加硝酸溶液(1→2)及氯酸钾少量，缓缓加热，待产生的气泡渐少时，再及时加入氯酸钾少量，以维持气泡稳定地发生，至用玻璃棒挤压能离散为止，倾去酸液，加水洗涤后，照上法装片。

5. 花粉粒与孢子制片 取花粉、花药(或小的花)、孢子或孢子囊群(干燥的供试品浸于冰醋酸中软化)，用玻璃棒研碎，经纱布过滤至离心管中，离心，取沉淀加新配制的醋酐与硫酸(9：1)的混合液1～3ml，置水浴上加热2～3分钟，离心，取沉淀，用水洗涤2次，取沉淀少量置载玻片上，滴加水合氯醛试液，盖上盖玻片，或加50%甘油与1%苯酚各1～2滴，用品红甘油胶[取明胶1g，加水6ml，浸泡至溶化，再加甘油7ml，加热并轻轻搅拌至完全混匀，用纱布过滤至培养皿中，加碱性品红溶液(碱性品红0.1g，加无水乙醇600ml及樟油80ml，溶解)适量，混匀，凝固后即得]封藏。

6. 磨片制片 坚硬的动物、矿物类药，可采用磨片法制片。选取厚度约1～2mm的供试材料，置粗磨石(或磨砂玻璃板)上，加适量水，用食指、中指夹住或压住材料，在磨石上往返磨砺，待两面磨平，且厚度约数百微米时，将材料移置细磨石上，加水，用软木塞压在材料上，往返磨砺至透明，用水冲洗，再用乙醇处理和甘油乙醇试液装片。

二、含饮片粉末的制剂显微制片

按供试品不同剂型，散剂、胶囊剂(内容物为颗粒状，应研细)，可直接取适量粉末；片剂取2～3片，水丸、糊丸、水蜜丸、锭剂等(包衣者除去包衣)，取数丸或1～2锭，分别置乳钵中研成粉末，取适量粉末；蜜丸应将药丸切开，从切面由外至中央挑取适量样品或用水脱蜜后，吸取沉淀物少量。根据观察对象不同，分别按粉末制片法制片(1～5片)。

三、细胞壁性质的鉴别

1. 木质化细胞壁 加间苯三酚试液1～2滴，稍放置，加盐酸1滴，因木质化程度不同，显红色或紫红色。

2. 木栓化或角质化细胞壁 加苏丹Ⅲ试液，稍放置或微热，显橘红色至红色。

3. 纤维素细胞壁 加氯化锌碘试液，或先加碘试液湿润后，稍放置，再加硫酸溶液(33→50)，显蓝色或紫色。

4. 硅质化细胞壁 加硫酸无变化。

四、细胞内含物性质的鉴别

1. 淀粉粒

(1)加碘试液，显蓝色或紫色。

(2)用甘油醋酸试液装片，置偏光显微镜下观察，未糊化的淀粉粒显偏光现象；已糊化的无偏光现象。

2. 糊粉粒

(1)加碘试液，显棕色或黄棕色。

(2)加硝酸汞试液，显砖红色。材料中如含有多量脂肪油，应先用乙醚或石油醚脱脂后进行试验。

3. 脂肪油、挥发油、树脂

(1)加苏丹Ⅲ试液，显橘红色、红色或紫红色。

(2)加 90%乙醇，脂肪油和树脂不溶解(蓖麻油及巴豆油例外)，挥发油则溶解。

4. 菊糖　加 10% α-萘酚乙醇溶液，再加硫酸，显紫红色并溶解。

5. 黏液　加钌红试液，显红色。

6. 草酸钙结晶

(1)加稀醋酸不溶解，加稀盐酸溶解而无气泡发生。

(2)加硫酸溶液(1→2)逐渐溶解，片刻后析出针状硫酸钙结晶。

7. 碳酸钙结晶(钟乳体)　加稀盐酸溶解，同时有气泡发生。

8. 硅质　加硫酸不溶解。

五、显微测量

系指用目镜测微尺，在显微镜下测量细胞及细胞内含物等的大小。

1. 目镜测微尺　放在目镜筒内的一种标尺，为一个直径 18～20mm 的圆形玻璃片，中央刻有精确等距离的平行线刻度，常为 50 格或 100 格(如图 1)。

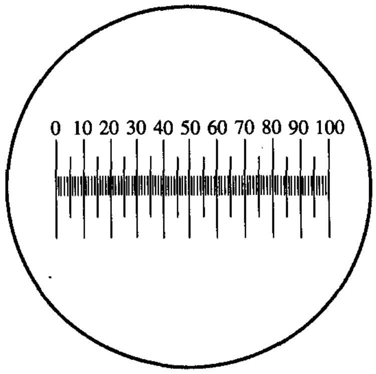


图 1　目镜测微尺

2. 载物台测微尺　在特制的载玻片中央粘贴一刻有精细尺度的圆形玻片。通常将长 1mm(或 2mm)精确等分成 100(或 200)小格，每 1 小格长为 10μm，用以标定目镜测微尺(如图 2)。

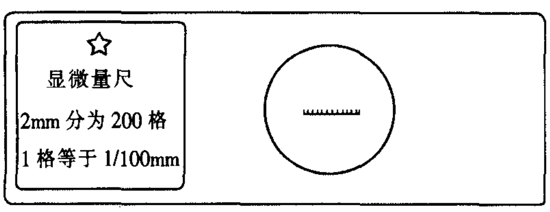


图 2　载物台测微尺

3. 目镜测微尺的标定　用以确定使用同一显微镜及特定倍数的物镜、目镜和镜筒长度时，目镜测微尺上每一格所代表的长度。

取载物台测微尺置显微镜载物台上，在高倍物镜(或低倍物镜)下，将测微尺刻度移至视野中央。将目镜测微尺(正面向上)放入目镜镜筒内，旋转目镜，并移动载物台测微尺，使目镜测微尺的"0"刻度线与载物台测微尺的某刻度线相重合，然后再找第二条重合刻度线，根据两条重合线间两种测微尺的小格数，计算出目镜测微尺每一小格在该物镜条件下相当的长度(μm)，如图 3 所示，目镜测微尺 77 个小格(0～77)与载物台测微尺的 30 个小格(0.7～1.0)相当，已知载物台测微尺每一小格的长度为 10μm。目镜测微尺每一小格长度为：10μm×30÷77＝3.8μm。

当测定时要用不同的放大倍数时，应分别标定。

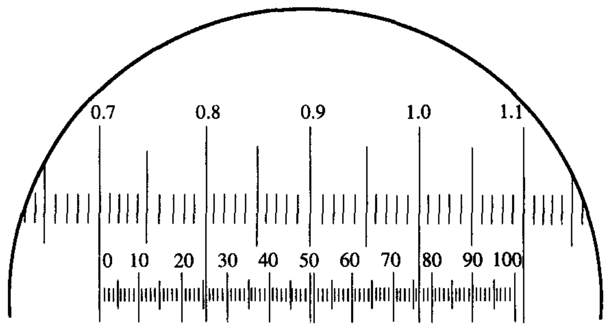


图 3　表示视野中目镜测微尺与载物台测微尺的重合线

4. 测量方法　将需测量的目的物显微制片置显微镜载物台上，用目镜测微尺测量目的物的小格数，乘以上述每一小格的微米数。通常是在高倍镜下测量，但欲测量较长的目的物，如纤维、导管、非腺毛等的长度时，需在低倍镜下测量。记录最大值与最小值(μm)，允许有少量数值略高或略低于规定。

附录Ⅳ　一般鉴别试验

水杨酸盐

(1)■取供试品的中性或弱酸性稀溶液■[修订]，加三氯化铁试液 1 滴，即显紫色。

(2)取供试品溶液，加稀盐酸，即析出白色水杨酸沉淀；分离，沉淀在醋酸铵试液中溶解。

丙二酰脲类

(1)取供试品约 0.1g，加碳酸钠试液 1ml 与水 10ml，振摇 2 分钟，滤过，滤液中逐滴加入硝酸银试液，即生成白色沉淀，振摇，沉淀即溶解；继续滴加过量的硝酸银试液，沉淀不再溶解。

(2)取供试品约 50mg，加吡啶溶液(1→10)5ml，溶解后，加铜吡啶试液 1ml，即显紫色或生成紫色沉淀。

有机氟化物

取供试品约 7mg，照氧瓶燃烧法(二部附录Ⅶ C)进行有机破坏，用水 20ml 与 0.01mol/L 氢氧化钠溶液 6.5ml 为吸收液，俟燃烧完毕后，充分振摇；取吸收液 2ml，加茜素氟蓝试液 0.5ml，再加 12%醋酸钠的稀醋酸溶液 0.2ml，用水稀释至 4ml，加硝酸亚铈试液 0.5ml，即显蓝紫色；同时做空白对照试验。

亚硫酸盐或亚硫酸氢盐

(1)取供试品,加盐酸,即发生二氧化硫的气体,有刺激性特臭,并能使硝酸亚汞试液湿润的滤纸显黑色。

(2)取供试品溶液,滴加碘试液,碘的颜色即消褪。

亚锡盐

取供试品的水溶液1滴,点于磷钼酸铵试纸上,试纸应显蓝色。

托烷生物碱类

取供试品约10mg,加发烟硝酸5滴,置水浴上蒸干,得黄色的残渣,放冷,加乙醇2~3滴湿润,加固体氢氧化钾一小粒,即显深紫色。

汞盐

亚汞盐 (1)取供试品,加氨试液或氢氧化钠试液,即变黑色。

(2)取供试品,加碘化钾试液,振摇,即生成黄绿色沉淀,瞬即变为灰绿色,并逐渐转变为灰黑色。

汞盐 (1)取供试品溶液,加氢氧化钠试液,即生成黄色沉淀。

(2)取供试品的中性溶液,加碘化钾试液,即生成猩红色沉淀,能在过量的碘化钾试液中溶解;再以氢氧化钠试液碱化,加铵盐即生成红棕色的沉淀。

(3)取不含过量硝酸的供试品溶液,涂于光亮的铜箔表面,擦拭后即生成一层光亮似银的沉积物。

芳香第一胺类

■取供试品50mg,加稀盐酸1ml,必要时缓缓煮沸使溶解,加0.1mol/L亚硝酸钠溶液数滴,加与0.1mol/L亚硝酸钠溶液等体积的1mol/L脲溶液,振摇1分钟,滴加碱性β-萘酚试液数滴,视供试品不同,生成由粉红到猩红色沉淀。■[修订]

苯甲酸盐

(1)取供试品的中性溶液,滴加三氯化铁试液,即生成赭色沉淀;再加稀盐酸,变为白色沉淀。

(2)取供试品,置干燥试管中,加硫酸后,加热,不炭化,但析出苯甲酸,并在试管内壁凝结成白色升华物。

乳酸盐

取供试品溶液5ml(约相当于乳酸5mg),置试管中,加溴试液1ml与稀硫酸0.5ml,置水浴上加热,并用玻棒小心搅拌至褪色,加硫酸铵4g,混匀,沿管壁逐滴加入10%亚硝基铁氰化钠的稀硫酸溶液0.2ml和浓氨试液1ml,使成两液层;在放置30分钟内,两液层的接界面处出现一暗绿色环。

枸橼酸盐

(1)取供试品溶液2ml(约相当于枸橼酸10mg),加稀硫酸数滴,加热至沸,加高锰酸钾试液数滴,振摇,紫色即消失;溶液分成两份,一份中加硫酸汞试液1滴,另一份中逐滴加入溴试液,均生成白色沉淀。

(2)取供试品约5mg,加吡啶-醋酐(3:1)约5ml,振摇,即生成黄色到红色或紫红色的溶液。

钙盐

(1)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰即显砖红色。

(2)取供试品溶液(1→20),加甲基红指示液2滴,用氨试液中和,再滴加盐酸至恰呈酸性,加草酸铵试液,即生成白色沉淀;分离,沉淀不溶于醋酸,但可溶于稀盐酸。

钠盐

(1)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰即显鲜黄色。

(2)取供试品约100mg,置10ml试管中,加水2ml溶解,加15%碳酸钾溶液2ml,加热至沸,应不得有沉淀生成;加焦锑酸钾试液4ml,加热至沸;置冰水中冷却,必要时,用玻棒摩擦试管内壁,应有致密的沉淀生成。

钡盐

(1)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰即显黄绿色;通过绿色玻璃透视,火焰显蓝色。

(2)取供试品溶液,滴加稀硫酸,即生成白色沉淀;分离,沉淀在盐酸或硝酸中均不溶解。

酒石酸盐

(1)取供试品的中性溶液,置洁净的试管中,加氨制硝酸银试液数滴,置水浴中加热,银即游离并附在试管的内壁成银镜。

(2)取供试品溶液,加醋酸成酸性后,加硫酸亚铁试液1滴和过氧化氢试液1滴,俟溶液褪色后,用氢氧化钠试液碱化,溶液即显紫色。

铋盐

(1)取供试品溶液,滴加碘化钾试液,即生成红棕色溶液或暗棕色沉淀;分离,沉淀能在过量碘化钾试液中溶解成黄棕色的溶液,再加水稀释,又生成橙色沉淀。

(2)取供试品溶液,用稀硫酸酸化,加10%硫脲溶液,即显深黄色。

钾盐

(1)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰即显紫色;但有少量的钠盐混存时,须隔蓝色玻璃透视,方能辨认。

(2)取供试品,加热炽灼除去可能杂有的铵盐,放冷后,加水溶解,再加0.1%四苯硼钠溶液与醋酸,即生成白色沉淀。

铁盐

亚铁盐 (1)取供试品溶液,滴加铁氰化钾试液,即生成深蓝色沉淀;分离,沉淀在稀盐酸中不溶,但加氢氧化钠试液,即分解成棕色沉淀。

(2)取供试品溶液,加1%邻二氮菲的乙醇溶液数滴,即显深红色。

铁盐 (1)取供试品溶液,滴加亚铁氰化钾试液,即生成深蓝色沉淀;分离,沉淀在稀盐酸中不溶,但加氢氧化钠试液,即分解成棕色沉淀。

(2)取供试品溶液,滴加硫氰酸铵试液,即显血红色。

铵盐

(1)取供试品,加过量的氢氧化钠试液后,加热,即分解,发生氨臭;遇用水湿润的红色石蕊试纸,能使之变蓝色,并能使硝酸亚汞试液湿润的滤纸显黑色。

(2)取供试品溶液,加碱性碘化汞钾试液1滴,即生成红棕色沉淀。

银盐

(1)取供试品溶液,加稀盐酸,即生成白色凝乳状沉淀;分离,沉淀能在氨试液中溶解,加稀硝酸酸化后,沉淀复生成。

(2)取供试品的中性溶液,滴加铬酸钾试液,即生成砖红色沉淀;分离,沉淀能在硝酸中溶解。

铜盐

(1)取供试品溶液,滴加氨试液,即生成淡蓝色沉淀;再加过量的氨试液,沉淀即溶解,生成深蓝色溶液。

(2)取供试品溶液,加亚铁氰化钾试液,即显红棕色或生成红棕色沉淀。

锂盐

(1)取供试品溶液,加氢氧化钠试液碱化后,加入碳酸钠试液,煮沸,即生成白色沉淀;分离,沉淀能在氯化铵试液中溶解。

(2)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰显胭脂红色。

(3)取供试品适量,加入稀硫酸或可溶性硫酸盐溶液,不生成沉淀(与锶盐区别)。

硫酸盐

(1)取供试品溶液,滴加氯化钡试液,即生成白色沉淀;分离,沉淀在盐酸或硝酸中均不溶解。

(2)取供试品溶液,滴加醋酸铅试液,即生成白色沉淀;分离,沉淀在醋酸铵试液或氢氧化钠试液中溶解。

(3)取供试品溶液,加盐酸,不生成白色沉淀(与硫代硫酸盐区别)。

硝酸盐

(1)取供试品溶液,置试管中,加等量的硫酸,小心混合,冷后,沿管壁加硫酸亚铁试液,使成两液层,接界面显棕色。

(2)取供试品溶液,加硫酸与铜丝(或铜屑),加热,即发生红棕色的蒸气。

(3)取供试品溶液,滴加高锰酸钾试液,紫色不应褪去(与亚硝酸盐区别)。

锌盐

(1)取供试品溶液,加亚铁氰化钾试液,即生成白色沉淀;分离,沉淀在稀盐酸中不溶解。

(2)取供试品制成中性或碱性溶液,加硫化钠试液,即生成白色沉淀。

锑盐

(1)取供试品溶液,加醋酸成酸性后,置水浴上加热,趁热加硫代硫酸钠试液数滴,逐渐生成橙红色沉淀。

(2)取供试品溶液,加盐酸成酸性后,通硫化氢,即生成橙色沉淀;分离,沉淀能在硫化铵试液或硫化钠试液中溶解。

铝盐

(1)取供试品溶液,滴加氢氧化钠试液,即生成白色胶状沉淀;分离,沉淀能在过量的氢氧化钠试液中溶解。

(2)取供试品溶液,加氨试液至生成白色胶状沉淀,滴加茜素磺酸钠指示液数滴,沉淀即显樱红色。

氯化物

(1)取供试品溶液,加稀硝酸使成酸性后,滴加硝酸银试液,即生成白色凝乳状沉淀;分离,沉淀加氨试液即溶解,再加稀硝酸酸化后,沉淀复生成。如供试品为生物碱或其他有机碱的盐酸盐,须先加氨试液使成碱性,将析出的沉淀滤过除去,取滤液进行试验。

(2)取供试品少量,置试管中,加等量的二氧化锰,混匀,加硫酸湿润,缓缓加热,即发生氯气,能使用水湿润的碘化钾淀粉试纸显蓝色。

溴化物

(1)取供试品溶液,滴加硝酸银试液,即生成淡黄色凝乳状沉淀;分离,沉淀能在氨试液中微溶,但在硝酸中几乎不溶。

(2)取供试品溶液,滴加氯试液,溴即游离,加三氯甲烷振摇,三氯甲烷层显黄色或红棕色。

碘化物

(1)取供试品溶液,滴加硝酸银试液,即生成黄色凝乳状沉淀;分离,沉淀在硝酸或氨试液中均不溶解。

(2)取供试品溶液,加少量的氯试液,碘即游离;如加三氯甲烷振摇,三氯甲烷层显紫色;如加淀粉指示液,溶液显蓝色。

硼酸盐

(1)取供试品溶液,加盐酸成酸性后,能使姜黄试纸变成棕红色;放置干燥,颜色即变深,用氨试液湿润,即变为绿黑色。

(2)取供试品,加硫酸,混合后,加甲醇,点火燃烧,即发生边缘带绿色的火焰。

碳酸盐与碳酸氢盐

(1)取供试品溶液,加稀酸,即泡沸,发生二氧化碳气,导入氢氧化钙试液中,即生成白色沉淀。

(2)取供试品溶液,加硫酸镁试液,如为碳酸盐溶液,即生成白色沉淀;如为碳酸氢盐溶液,须煮沸,始生成白色沉淀。

(3)取供试品溶液,加酚酞指示液,如为碳酸盐溶液,即显深红色;如为碳酸氢盐溶液,不变色或仅显微红色。

镁盐

(1)取供试品溶液,加氨试液,即生成白色沉淀;滴加氯化铵试液,沉淀溶解;再加磷酸氢二钠试液1滴,振摇,即生成白色沉淀;分离,沉淀在氨试液中不溶。

(2)取供试品溶液,加氢氧化钠试液,即生成白色沉淀。分离,沉淀分成两份,一份中加过量的氢氧化钠试液,沉淀不溶;另一份中加碘试液,沉淀转成红棕色。

醋酸盐

(1)取供试品,加硫酸和乙醇后,加热,即分解产生乙酸乙酯的香气。

(2)取供试品的中性溶液,加三氯化铁试液1滴,溶液呈

深红色，加稀无机酸，红色即褪去。

磷酸盐

(1)取供试品的中性溶液，加硝酸银试液，即生成浅黄色沉淀；分离，沉淀在氨试液或稀硝酸中均易溶解。

(2)取供试品溶液，加氯化铵镁试液，即生成白色结晶性沉淀。

(3)取供试品溶液，加钼酸铵试液与硝酸后，加热即生成黄色沉淀；分离，沉淀能在氨试液中溶解。

附录ⅨJ　炽灼残渣检查法

■取供试品1.0～2.0g或各品种项下规定的重量，置已炽灼至恒重的坩埚(如供试品分子结构中含有碱金属或氟元素，则应使用铂坩埚)中，■[修订]精密称定，缓缓炽灼至完全炭化，放冷至室温；除另有规定外，加硫酸0.5～1ml使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在700～800℃炽灼使完全灰化，移置干燥器内，放冷至室温，精密称定后，再在700～800℃炽灼至恒重，即得。

如需将残渣留作重金属检查，则炽灼温度必须控制在500～600℃。

附录ⅨO　膨胀度测定法

膨胀度是药品膨胀性质的指标，■系指■[修订]每1g药品在水或其他规定的溶剂中，在一定的时间与温度条件下膨胀后所占有的体积(ml)。主要用于含黏液质、胶质和半纤维素类的天然药品。

测定法　按各该品种项下的规定量取样，必要时按规定粉碎。称定重量，置膨胀度测定管中(全长160mm，内径16mm，刻度部分长125mm，分度0.2ml)，在20～25℃条件下，加水或规定的溶剂25ml，密塞，振摇，静置。除另有规定外，■开始1小时内每10分钟剧烈振摇一次，使供试品充分被溶剂浸润沉于测定管底部，并除去气泡，然后静置4小时，读取药物膨胀后的体积(ml)，再静置1小时，如上读数，至连续两次读数的差异不超过0.1ml为止。每一供试品同时测定3份，各取最后一次读取的数值按下式计算，求其平均数。除另有规定外，按干燥品计算供试品的膨胀度(准确至0.1)。■[修订]

$$S=\frac{V}{W}$$

式中　S为膨胀度；

V为药物膨胀后的体积，ml；

W为供试品按干燥品计算的重量，g。

附录ⅨQ　农药残留量测定法

本法系用气相色谱法(附录ⅥE)测定药材、饮片及制剂中部分有机氯、有机磷和拟除虫菊酯类农药，除另有规定外，按下列方法测定。

一、有机氯类农药残留量测定

第一法

色谱条件与系统适用性试验　弹性石英毛细管柱(30m×0.32mm×0.25μm)SE-54(或DB-1701)，^{63}Ni-ECD电子捕获检测器。进样口温度230℃，检测器温度300℃，不分流进样。程序升温：初始100℃，每分钟10℃升至220℃，每分钟8℃升至250℃，保持10分钟。理论板数按α-BHC峰计算应不低于1×10^6，两个相邻色谱峰的分离度应大于1.5。

对照品储备液的制备　精密称取六六六(BHC)(α-BHC，β-BHC，γ-BHC，δ-BHC)、滴滴涕(DDT)(PP′-DDE，PP′-DDD，OP′-DDT，PP′-DDT)及五氯硝基苯(PCNB)农药对照品适量，用石油醚(60～90℃)分别制成每1ml约含4～5μg的溶液，即得。

混合对照品储备液的制备　精密量取上述各对照品储备液0.5ml，置10ml量瓶中，用石油醚(60～90℃)稀释至刻度，摇匀，即得。

混合对照品溶液的制备　精密量取上述混合对照品储备液，用石油醚(60～90℃)制成每1L分别含0μg、1μg、5μg、10μg、50μg、100μg、250μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备　**药材或饮片**　取供试品于60℃干燥4小时，粉碎成细粉，取约2g，精密称定，置100ml具塞锥形瓶中，加水20ml浸泡过夜，精密加丙酮40ml，称定重量，超声处理30分钟，放冷，再称定重量，用丙酮补足减失的重量，再加氯化钠约6g，精密加二氯甲烷30ml，称定重量，超声处理15分钟，再称定重量，用二氯甲烷补足减失的重量，静置(使分层)，将有机相迅速移入装有适量无水硫酸钠的100ml具塞锥形瓶中，放置4小时。精密量取35ml，于40℃水浴上减压浓缩至近干，加少量石油醚(60～90℃)如前反复操作至二氯甲烷及丙酮除净，用石油醚(60～90℃)溶解并转移至10ml具塞刻度离心管中，加石油醚(60～90℃)精密稀释至5ml，小心加入硫酸1ml，振摇1分钟，离心(3000转/分)10分钟，精密量取上清液2ml，置具刻度的浓缩瓶(见图)中，连接旋转蒸发器，40℃下(或用氮气)将溶液浓缩至适量，精密稀释至1ml，即得。

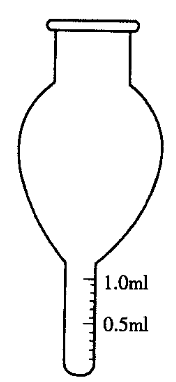


图　刻度浓缩瓶

制剂　取供试品，研成细粉(蜜丸切碎，液体直接量取)，精密称取适量(相当于药材2g)，以下按上述供试品溶液制备

法制备，即得供试品溶液。

测定法 分别精密吸取供试品溶液和与之相对应浓度的混合对照品溶液各1μl，分别连续进样3次，取3次平均值，按外标法计算供试品中9种有机氯农药残留量。

■第二法

色谱条件与系统适用性试验 分析柱：用50%苯基-50%二甲基聚硅氧烷为固定液(DB-17)的弹性石英毛细管柱(30.0m×0.25mm×0.25μm)，验证柱：用100%二甲基聚硅氧烷为固定液(DB-1)的弹性石英毛细管柱(30m×0.25mm×0.25μm)。^{63}Ni-ECD电子捕获检测器。进样口温度240℃，检测器温度300℃，不分流进样，流速为恒压模式(初始流速为每分钟1.3ml)。程序升温：初始70℃，保持1分钟，每分钟10℃升至180℃，保持5分钟，再以每分钟5℃升至220℃，最后以每分钟100℃升至280℃，保持8分钟。理论板数按α-BHC计算应不低于1×10^6，两个相邻色谱峰的分离度应大于1.5。

对照品储备液的制备 精密称取六六六(BHC)(α-BHC，β-BHC，γ-BHC，δ-BHC)、滴滴涕(DDT)(PP′-DDE，PP′-DDD，OP′-DDT，PP′-DDT)、五氯硝基苯(quintozene)、六氯苯(hexachlorobenzene)、七氯(heptachlor)、顺式环氧七氯(heptachlor-exo-epoxide)、反式环氧七氯(heptachlor-endo-epoxide)、艾氏剂(aldrin)、狄氏剂(dieldrin)、异狄氏剂(endrin)、顺式氯丹(cis-chlordane)、反式氯丹(trans-chlordane)、氧化氯丹(oxy-chlordane)、α-硫丹(α-endosulfan)、β-硫丹(β-endosulfan)、硫丹硫酸盐(endosulfan sulfate)农药对照品适量，用异辛烷分别制成每1ml约含100μg或200μg的溶液，即得。各对照品储备液浓度见表1。

混合对照品储备液的制备 精密量取上述各对照品储备溶液1ml，置100ml量瓶中，用异辛烷稀释至刻度，摇匀，即得。

混合对照品溶液的制备 分别精密量取上述混合对照品储备液，用异辛烷制成2组每1ml分别含10ng、20ng、50ng、100ng、200ng、500ng的溶液，即得(其中β-六六六、异狄氏剂、PP′-滴滴滴、OP′-滴滴涕每1ml分别含20ng、40ng、100ng、200ng、400ng、1000ng)。

供试品溶液的制备 取供试品，粉碎成细粉(过三号筛)，取约1.5g，精密称定，置于50ml聚苯乙烯具塞离心管中，加入10ml水，混匀，放置2小时，精密加入乙腈溶液15ml，剧烈振摇提取1分钟，再加入预先称好4g无水硫酸镁与5g氯化钠的混合粉末，再次剧烈振摇1分钟后，离心1分钟(4000转/分)。精密吸取上清液10ml，40℃减压浓缩至近干，用环己烷-乙酸乙酯(1∶1)分次洗涤圆底烧瓶，洗液一并转移至10ml量瓶中，加环己烷-乙酸乙酯(1∶1)至刻度，摇匀，备用。将上述溶液转移至预先加入1g无水硫酸钠的离心管中，离心，取上清液5ml过凝胶渗透色谱柱(净化柱：400mm×25mm，内装BIO-Beads S-X3填料；以环己烷-乙酸乙酯(1∶1)为流动相；流速为每分钟5.0ml)净化，收集18～30分钟的馏分，40℃减压浓缩至约1ml，加少量正己烷替换两次，残渣加正己烷1ml使溶解，置弗罗里硅土固相萃取小柱(1000mg/6ml，加样前依次用正己烷-丙酮(95∶5)10ml和正己烷10ml预淋洗)上，容器用正己烷洗涤3次，每次1ml，洗液置同一弗罗里硅土固相萃取小柱上，再用正己烷-丙酮(95∶5)10ml洗脱，收集全部洗脱液，置氮吹仪上吹至近干，精密加入异辛烷1ml使溶解，即得。

测定法 分别精密吸取供试品溶液和混合对照品溶液各1μl，注入气相色谱仪，按外标校准曲线法计算供试品中各农药残留量。

限度 每1kg中药材或饮片中含总六六六(α-BHC，β-BHC，γ-BHC，δ-BHC之和)不得过0.2mg；总滴滴涕(PP′-DDE，PP′-DDD，OP′-DDT，PP′-DDT之和)不得过0.2mg；五氯硝基苯(quintozene)不得过0.1mg；六氯苯(hexachlorobenzene)不得过0.1mg；七氯(heptachlor)、顺式环氧七氯(heptachlor-exo-epoxide)和反式环氧七氯(heptachlor-endo-epoxide)之和不得过0.05mg；艾氏剂(aldrin)和狄氏剂(dieldrin)之和不得过0.05mg；异狄氏剂(endrin)不得过0.05mg；顺式氯丹(cis-chlordane)、反式氯丹(trans-chlordane)和氧化氯丹(oxy-chlordane)之和不得过0.05mg；α-硫丹(α-endosulfan)、β-硫丹(β-endosulfan)和硫丹硫酸盐(endosulfan sulfate)之和不得过3mg。

附注

(1)当供试品中有农药检出时，可在验证柱中确认检出的结果，再进行定量。必要时，可将上述供试品溶液按照气相色谱-质谱法进行确证。

(2)方法测定的加样回收率应在70%～120%之间。

表1 22种有机氯类农药对照品分组、储备液浓度、相对保留时间及检出限参考值

序号	中文名	英文名	对照品储备液(μg/ml)	相对保留时间(分析柱)	检出限(mg/kg)
1	六氯苯	hexachlorobenzene	100	0.574	0.001
2	α-六六六	α- BHC	100	0.601	0.004
3	五氯硝基苯	quintozene	100	0.645	0.007
4	γ-六六六	γ-BHC	100	0.667	0.003
5	β-六六六	β-BHC	200	0.705	0.008
6	七氯	heptachlor	100	0.713	0.007
7	δ-六六六	δ-BHC	100	0.750	0.003

续表

序号	中文名	英文名	对照品储备液 (μg/ml)	相对保留时间 (分析柱)	检出限 (mg/kg)
8	艾氏剂	aldrin	100	0.760	0.006
9	氧化氯丹	oxy-chlordane	100	0.816	0.007
10	顺式环氧七氯	heptachlor-exo-epoxide	100	0.833	0.006
11	反式环氧七氯	heptachlor-endo-epoxide	100	0.844	0.005
12	反式氯丹	trans-chlordane	100	0.854	0.005
13	顺式氯丹	cis-chlordane	100	0.867	0.008
14	α-硫丹	α-endosulfan	100	0.872	0.01
15	P,P′-滴滴伊	P,P′-DDE	100	0.892	0.006
16	狄氏剂	dieldrin	100	0.901	0.005
17	异狄氏剂	endrin	200	0.932	0.009
18	O,P′-滴滴涕	O,P′-DDT	200	0.938	0.018
19	P,P′-滴滴滴	P,P′-DDD	200	0.944	0.008
20	β-硫丹	β-endosulfan	100	0.956	0.003
21	P,P′-滴滴涕	P,P′-DDT	100	0.970	0.005
22	硫丹硫酸盐	endosulfan sulfate	100	1.000	0.004

各对照品的相对保留时间以硫丹硫酸盐为参考峰计算。■[增订]

二、有机磷类农药残留量测定

色谱条件与系统适用性试验 弹性石英毛细管柱(30m×0.25mm×0.25μm)DB-17MS(或HP-5),氮磷检测器(NPD)。进样口温度220℃,检测器温度300℃,不分流进样。程序升温:初始120℃,每分钟10℃升至200℃,每分钟5℃升至240℃,保持2分钟,每分钟20℃升至270℃,保持0.5分钟。理论板数按敌敌畏峰计算应不低于6000,两个相邻色谱峰的分离度应大于1.5。

对照品储备液的制备 精密称取对硫磷、甲基对硫磷、乐果、氧化乐果、甲胺磷、久效磷、二嗪农、乙硫磷、马拉硫磷、杀扑磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷农药对照品适量,用乙酸乙酯分别制成每1ml约含100μg的溶液,即得。

混合对照品储备液的制备 精密量取上述各对照品储备液1ml,置20ml棕色量瓶中,加乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀,即得。

混合对照品溶液的制备 精密量取上述混合对照品储备液,用乙酸乙酯制成每1ml分别含0.1μg、0.5μg、1μg、2μg、5μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 **药材或饮片** 取供试品粉末(过二号筛)约5g,精密称定,加无水硫酸钠5g,加入乙酸乙酯50~100ml,冰浴超声处理3分钟,放置,取上层液滤过,药渣加乙酸乙酯30~50ml,冰浴超声处理2分钟,放置,滤过,合并两次滤液,用少量乙酸乙酯洗涤滤纸及残渣,与上述滤液合并。取滤液于40℃以下减压浓缩至近干,用乙酸乙酯转移至5ml量瓶中,并稀释至刻度,精密量取1ml,置活性炭小柱[120~400目,0.25g,内径0.9cm(如Supelclean ENVI-Carb SPE Tubes,3ml活性炭小柱),用乙酸乙酯5ml预洗]上,置多功能真空样品处理器上,用正己烷-乙酸乙酯(1:1)混合溶液5ml洗脱,收集洗脱液,置氮吹仪上浓缩至近干,精密加入乙酸乙酯1ml使溶解,即得。

测定法 分别精密吸取供试品溶液和与之相对应浓度的混合对照品溶液各1μl,分别连续进样3次,取3次平均值,按外标法计算供试品中12种有机磷农药残留量。

三、拟除虫菊酯类农药残留量测定

色谱条件与系统适用性试验 弹性石英毛细管柱(30m×0.32mm×0.25μm)SE-54(或DB-5),^{63}Ni-ECD电子捕获检测器。进样口温度270℃,检测器温度330℃。分流比20:1;5:1(或根据仪器设置选择最佳的分流比)。程序升温:初始160℃,保持1分钟,每分钟10℃升至278℃,保持0.5分钟,每分钟1℃升至290℃,保持5分钟。理论板数按溴氰菊酯峰计算应不低于1×10^5,两个相邻色谱峰的分离度应大于1.5。

对照品储备液的制备 精密称取氯氰菊酯、氰戊菊酯及溴氰菊酯农药对照品适量,用石油醚(60~90℃)分别制成每1ml约含20~25μg的溶液,即得。

混合对照品储备液的制备 精密量取上述各对照品储备液1ml,置10ml量瓶中,用石油醚(60~90℃)稀释至刻度,摇匀,即得。

混合对照品溶液的制备 精密量取上述混合对照品储备液,用石油醚(60~90℃)稀释制成每1L分别含0μg、4μg、8μg、40μg、200μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备 **药材或饮片** 取供试品于60℃干燥4小时,粉碎成细粉(过五号筛),取约1~2g,精密称定,置100ml具塞锥形瓶中,加石油醚(60~90℃)-丙酮(4:1)混合溶液30ml,超声处理15分钟,滤过,药渣再重复上述操作2

次后，合并滤液。滤液加入适量无水硫酸钠脱水后，于40～45℃减压浓缩至近干，用少量石油醚（60～90℃）反复操作至丙酮除净，残渣加适量石油醚（60～90℃）溶解，置混合小柱〔从下至上依次为无水硫酸钠2g、弗罗里硅土4g、微晶纤维素1g、氧化铝1g、无水硫酸钠2g，用石油醚（60～90℃）-乙醚（4∶1）混合溶液20ml预洗〕上，用石油醚（60～90℃）-乙醚（4∶1）混合溶液90ml洗脱，收集洗脱液，于40～45℃减压浓缩至近干，再用石油醚（60～90℃）3～4ml重复操作至乙醚除净，用石油醚（60～90℃）溶解转移至5ml量瓶中，并稀释至刻度，即得。

测定法　分别精密吸取供试品溶液和与之相对应浓度的混合对照品溶液各1μl，分别连续进样3次，取3次平均值，按外标法计算供试品中3种拟除虫菊酯农药残留量。

附录Ⅸ V　黄曲霉毒素测定法

本法系用高效液相色谱法（附录Ⅵ D）测定药材、饮片及制剂中的黄曲霉毒素（以黄曲霉毒素B_1、黄曲霉毒素B_2、黄曲霉毒素G_1和黄曲霉毒素G_2总量计），除另有规定外，按下列方法测定。

色谱条件与系统适用性试验　以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-乙腈-水（40∶18∶42）为流动相■流速每分钟0.8ml■[删除]；采用柱后衍生法检测，■（1）碘衍生法：■[增订]衍生溶液为0.05%的碘溶液（取碘0.5g，加入甲醇100ml使溶解，用水稀释至1000ml制成），衍生化泵流速每分钟0.3ml，衍生化温度70℃；■（2）光化学衍生法：光化学衍生器（254nm）；■[增订]以荧光检测器检测，激发波长λ_{ex}＝360nm（或365nm），发射波长λ_{em}＝450nm。两个相邻色谱峰的分离度应大于1.5。

混合对照品溶液的制备　精密量取黄曲霉毒素混合标准品（黄曲霉毒素B_1、黄曲霉毒素B_2、黄曲霉毒素G_1、黄曲霉毒素G_2标示浓度分别为1.0μg/ml、0.3μg/ml、1.0μg/ml、0.3μg/ml）0.5ml，置10ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，作为储备液。精密量取储备液1ml，置25ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，即得。

供试品溶液的制备　取供试品粉末约15g（过二号筛），精密称定，加入氯化钠3g，置于均质瓶中，精密加入70%甲醇溶液75ml，高速搅拌2分钟（搅拌速度大于11 000转/分钟），离心5分钟（离心速度2500转/分钟），精密量取上清液15ml，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用微孔滤膜（0.45μm）滤过，量取续滤液20.0ml，通过免疫亲合柱■（AflaTest® P）■[删除]，流速每分钟3ml，用水20ml洗脱，洗脱液弃去，使空气进入柱子，将水挤出柱子，再用适量甲醇洗脱，收集洗脱液，置2ml量瓶中，并用甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法　分别精密吸取上述混合对照品溶液5μl、10μl、15μl、20μl、25μl，注入液相色谱仪，测定峰面积，以峰面积为纵坐标，进样量为横坐标，绘制标准曲线。另精密吸取上述供试品溶液20～25μl，注入液相色谱仪，测定峰面积，从标准曲线上读出供试品中相当于黄曲霉毒素B_1、黄曲霉毒素B_2、黄曲霉毒素G_1、黄曲霉毒素G_2的量，计算，即得。

附注

（1）本实验应有相应的安全、防护措施，并不得污染环境。

（2）残留有黄曲霉毒素的废液或废渣的玻璃器皿，应置于专用贮存容器（装有10%次氯酸钠溶液）内，浸泡24小时以上，再用清水将玻璃器皿冲洗干净。

附录Ⅹ B　鞣质含量测定法

■本法用于中药材和饮片中总鞣质的含量测定。实验应避光操作。■[修订]

对照品溶液的制备　精密称取没食子酸对照品50mg，置100ml棕色量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，精密量取5ml，置50ml棕色量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得（每1ml中含没食子酸0.05mg）。

标准曲线的制备　精密量取对照品溶液0.5ml、1.0ml、2.0ml、3.0ml、4.0ml、5.0ml，分别置25ml棕色量瓶中，各加入磷钼钨酸试液1ml，再分别加水11.5ml、11ml、10ml、9ml、8ml、7ml，用29%碳酸钠溶液稀释至刻度，摇匀，放置30分钟以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅴ A），在760nm的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

供试品溶液的制备　取药材粉末适量（按品种项下的规定），精密称定，置250ml棕色量瓶中，加水150ml，放置过夜，超声处理10分钟，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，静置（使固体物沉淀），滤过，弃去初滤液50ml，精密量取续滤液20ml，置100ml棕色量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法　总酚　精密量取供试品溶液2ml，置25ml棕色量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自"加入磷钼钨酸试液1ml"起，加水10ml，依法测定吸光度，从标准曲线中读出供试品溶液中没食子酸的量（mg），计算，即得。

不被吸附的多酚　精密量取供试品溶液25ml，加至已盛有干酪素0.6g的100ml具塞锥形瓶中，密塞，置30℃水浴中保温1小时，时时振摇，取出，放冷，摇匀，滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液2ml，置25ml棕色量瓶中，照标准曲线的制备项下的方法，自"加入磷钼钨酸试液1ml"起，加水10ml，依法测定吸光度，从标准曲线中读出供试品溶液中没食子酸的量（mg），计算，即得。

按下式计算鞣质的含量：

鞣质含量＝总酚量－不被吸附的多酚量

■注：测定时，同时进行干酪素吸附空白试验，计算扣除空白值。■[增订]

附录XⅧ D　抑菌剂效力检查法指导原则

抑菌剂效力检查法系用于测定灭菌、非灭菌制剂中抑菌剂的活性，以评价最终产品的抑菌效力，同时也可用于指导生产企业在研发阶段制剂中抑菌剂浓度的确定。

如果药物本身不具有充分的抗菌活性，那么应根据制剂特性（如水溶液制剂）添加适宜的抑菌剂，以防止制剂在正常贮藏和使用过程中可能发生的微生物污染和繁殖使药物发生变质而对使用者造成危害，尤其是多剂量包装的制剂。

在药品生产过程中，抑菌剂不能用于替代药品生产的 GMP 管理，不能作为非灭菌制剂降低微生物污染的唯一途径，也不能作为控制多剂量包装制剂灭菌前的生物负载的手段。

所有抑菌剂都具有一定的毒性，制剂中抑菌剂的量应为最低有效量。同时，为保证用药安全，最终包装容器中的抑菌剂有效浓度应低于对人体有害的浓度。

在制剂通则中要求具有抗菌活性的制剂，不管是添加的抑菌剂，还是药物本身具有抗菌活性，在药物研发阶段，均应确认其抗菌效力。抑菌剂的抗菌效力在贮存过程中有可能因药物的成分或包装容器等因素影响而提高或降低，因此，应验证最终容器中的抑菌剂效力在效期内不因贮藏条件而降低。

本试验方法和抑菌剂抑菌效力判断标准用于包装未启开的成品制剂。

产 品 分 类

进行本试验的药品分为四类（见表 1），以便标准的制定和执行。

表 1　产品分类

类别	药　　品
1 类	注射剂、其他非肠道制剂，包括乳剂、耳用制剂、无菌鼻用制剂及眼用制剂
2 类	局部给药制剂、非灭菌鼻用制剂及用于黏膜的乳剂
3 类	口服非固体制剂（非抗酸制剂）
4 类	非固体抗酸制剂

培 养 基

培养基的制备

1. 胰酪胨大豆肉汤培养基(TSB)

酪蛋白胨	17.0g	磷酸二氢钾	2.5g
大豆木瓜蛋白酶消化物	3.0g	氯化钠	5.0g
葡萄糖	2.5g	水	1000ml

除葡萄糖外，取上述成分混合，微温溶解，调 pH 值约 7.0，煮沸，加入葡萄糖溶解后，摇匀，滤清，调节 pH 值使灭菌后为 7.3±0.2，分装，灭菌。

2. 胰酪胨大豆琼脂培养基(TSA)

■胰酪胨	15.0g	氯化钠	5.0g
大豆木瓜蛋白酶水解物	5.0g	琼脂	15.0g
纯化水	1000ml		

除琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节 pH 值使灭菌后在 25℃的 pH 值为 7.3±0.2，加入琼脂，加热溶化后，摇匀，分装，灭菌。■[订正]

3. 沙氏葡萄糖液体培养基、沙氏葡萄糖琼脂培养基

照微生物限度检查法（附录XIII C）制备。

培养基的适用性检查

抑菌剂效力测定用培养基应进行培养基的适用性检查，包括成品培养基、由脱水培养基或按处方配制的培养基均应检查。

菌种　试验所用的菌株传代次数不得超过 5 代（从菌种保藏中心获得的冷冻干燥菌种为第 0 代），并采用适宜的菌种保藏技术进行保存，以保证试验菌株的生物学特性。

铜绿假单胞菌（*Pseudomonas aeruginosa*）〔CMCC（B）10 104〕

大肠埃希菌(*Escherichia coli*)〔CMCC(B) 44 102〕

金黄色葡萄球菌（*Staphylococcus aureus*）〔CMCC（B）26 003〕

白色念珠菌(*Candida albicans*)〔CMCC(F)98 001〕

黑曲霉(*Aspergillus niger*)〔CMCC(F) 98 003〕

菌液制备　接种大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌的新鲜培养物至胰酪胨大豆肉汤培养基中，30～35℃培养 18～24 小时；接种白色念珠菌的新鲜培养物至沙氏葡萄糖液体培养基中，20～25℃培养 24～48 小时。上述培养物用 0.9%无菌氯化钠溶液制成每 1ml 含菌数为 50～100cfu 的菌悬液。接种黑曲霉的新鲜培养物至沙氏葡萄糖琼脂斜面培养基中，20～25℃培养 5～7 天，加入 3～5ml 含 0.05%(ml/ml)聚山梨酯 80 的 0.9%无菌氯化钠溶液，将孢子洗脱。然后，用适宜方法吸出孢子悬液至无菌试管内，用含 0.05%(ml/ml)聚山梨酯 80 的 0.9%无菌氯化钠溶液制成每 1 ml 含孢子数 50～100cfu 的孢子悬液。

菌液制备后若在室温下放置，应在 2 小时内使用；若保存在 2～8℃，可在 24 小时内使用。黑曲霉孢子悬液可保存在 2～8℃，在验证过的贮存期内使用。

适用性检查　取大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌各 50～100cfu，分别注入无菌平皿中，立即倾注胰酪胨大豆琼脂培养基，每株试验菌平行制备 2 个平皿，混匀，凝固，置 30～35℃培养 48 小时，计数；取白色念珠菌、黑曲霉各 50～100cfu，分别注入无菌平皿中，立即倾注沙氏葡萄糖琼脂培养基，每株试验菌平行制备 2 个平皿，混匀，凝固，置 20～25℃培养 72 小时，计数；同时，用对应的对照培养基替代被检培养基进行上述试验。

结果判定　若被检培养基上的菌落平均数不小于对照培养基上菌落平均数的 70%，且菌落形态大小与对照培养基上的菌落一致，判该培养基的适用性检查符合规定。

抑菌剂效力测定

菌种　同培养基的适用性检查，若需要，制剂中常见的污染微生物也可作为试验菌株。

菌液制备　接种铜绿假单胞菌、金黄色葡萄球菌、大肠埃希菌的新鲜培养物至胰酪胨大豆肉汤培养基或胰酪胨大豆琼脂培养基中，30～35℃培养 18～24 小时；接种白色念珠菌于沙氏葡萄糖液体培养基或沙氏葡萄糖琼脂培养基中，20～25℃培养 24～48 小时。若为琼脂培养物，加入适量的

0.9%无菌氯化钠溶液将琼脂表面的培养物洗脱，然后，用适宜方法吸出菌悬液至无菌试管内，加入适量的0.9%无菌氯化钠溶液并采用比浊法制成每1ml含菌数约为10^8cfu的菌悬液。若为液体培养物，用离心法收集菌体，并用0.9%无菌氯化钠溶液冲洗，采用比浊法制成每1ml含菌数约为10^8cfu的菌悬液。接种黑曲霉的新鲜培养物至沙氏葡萄糖琼脂培养基中，23～28℃培养5～7天，加入3～5ml含0.05%(ml/ml)聚山梨酯80的0.9%无菌氯化钠溶液，将孢子洗脱，然后，用适宜方法吸出孢子悬液至无菌试管内，加入适量的含0.05%(ml/ml)聚山梨酯80的0.9%无菌氯化钠溶液并采用比浊法制成每1ml含孢子数10^8cfu的孢子悬液。同时采用平皿法测定1ml菌悬液的菌数。

菌液制备后若在室温下放置，应在2小时内使用；若保存在2～8℃，可在24小时内使用。黑曲霉的孢子悬液可保存在2～8℃，在1周内使用。

供试品接种 抑菌剂效力可能受试验用容器特征的影响，如容器的材质、形状、体积及封口的方式等。因此，只要供试品每个包装容器的装量足够试验用，同时容器便于按无菌操作技术接入试验菌液、混合及取样等，一般应将试验菌直接接种于供试品原包装容器中进行贮存。若因供试品的性状或每个容器装量等因素需将供试品转移至无菌容器时，该容器的材质不得影响供试品的特性(如吸附作用)，特别应注意不得影响供试品的pH，pH对抑菌剂的活性影响很大，同时容器的口径大小应便于供试品的进出及混匀。

取包装完整的供试品至少5份，直接接种试验菌，或取适量供试品分别转移至5个适宜的无菌容器中(若试验菌株数超过5株，应增加相应的供试品份数)，每一容器接种一种试验菌，1、2、3类供试品中1g或1ml接种菌量为10^5～10^6cfu，4类供试品中1g或1ml接种菌量为10^3～10^4cfu，接种菌液的体积不得超过供试品体积的0.5%～1%，充分混合，使供试品中的试验菌均匀分布。然后将接种的供试品在试验期间置20～25℃，避光贮存，贮存温度的变化应尽可能控制在最小范围，并防止被污染。

存活菌数测定 根据产品类型，在供试品刚接种(0时)及表2规定的间隔时间，分别从上述每个容器中取供试品1ml(g)，用pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液稀释成1∶10、1∶10^2、1∶10^3等稀释级。采用平皿法或薄膜过滤法(照附录ⅩⅢ C微生物限度检查法，其中测定细菌用胰酪胨大豆琼脂培养基，测定真菌用沙氏葡萄糖琼脂培养基)测定每份供试品中所含的菌数。菌数测定方法应进行验证，验证方法按微生物限度检查法(附录ⅩⅢ C)中的“计数方法的验证”进行，其中测定细菌用胰酪胨大豆琼脂培养基，测定真菌用沙氏葡萄糖琼脂培养基。

根据菌数测定结果，计算1ml(g)供试品各试验菌所加的菌数及各间隔时间的菌数，并换算成lg值。

结果判断 抑菌剂效力根据各间隔时间的菌数lg值相对于初始值(0时菌数lg值)减少程度进行评价(表2)，试验结果按有效数字的修约规则进舍，保留小数点后1位有效数字。结果符合表2要求可判定该产品抑菌效力符合规定。

表2 抑菌剂抑菌效力判断标准

1类供试品	
细菌	7天菌数下降不少于1.0 lg，14天菌数下降不少于3.0 lg，14天到28天菌数不增加
真菌	与初始值比，7、14、28天菌数均不增加
2类供试品	
细菌	14天菌数下降不少于2.0 lg，14天到28天菌数不增加
真菌	与初始值比，14、28天菌数均不增加
3类供试品	
细菌	14天菌数下降不少于1.0 lg，14天到28天菌数不增加
真菌	与初始值比，14、28天菌数不增加
4类供试品	
细菌，真菌	与初始值比，14、28天菌数均不增加

注：表中“不增加”是指对前一个测定时间，试验菌增加的数量不超过0.5lg。

二 部

新增品种

乙酰胺注射液

Yixian'an Zhusheye

Acetamide Injection

本品为乙酰胺的灭菌水溶液。含乙酰胺(C_2H_5NO)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品1ml,加氢氧化钠试液5ml,煮沸,即发生氨臭,能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

(2)本品显醋酸盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH值** 应为5.0～6.5(附录Ⅵ H)。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液制成5%的溶液,依法检查(附录Ⅺ C),按静脉注射法给药,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg乙酰胺中含内毒素的量应小于0.030EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 精密量取本品适量(约相当于乙酰胺0.5g),置50ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取10ml,置凯氏烧瓶中,加水与10%氢氧化钠溶液各50ml,照氮测定法(附录Ⅶ D第一法),自"注意使沿瓶壁"起,依法测定,即得。每1ml硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于5.907mg的C_2H_5NO。

【类别】 解毒药。

【规格】 (1)2ml:1g　(2)5ml:2.5g　(3)10ml:5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

二甲双胍格列本脲片(Ⅰ)

Erjiashuanggua Geliebenniao Pian(Ⅰ)

Metformin Hydrochloride and Glibenclamide Tablets(Ⅰ)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的95.0%～105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

	处方1	处方2
盐酸二甲双胍	250g	500g
格列本脲	1.25g	2.5g
辅料	适量	适量
制成	1000片	1000片

【性状】 本品为白色至类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍50mg),加水10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液2ml,加10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置20分钟使用)10ml,3分钟内溶液呈红色。

(2)取含量测定盐酸二甲双胍项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在233nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定格列本脲项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 取本品30片,包衣片除去包衣,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍50mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,超声5分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;取双氰胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,作为双氰胺对照品溶液;另取三聚氰胺适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,作为三聚氰胺对照溶液。分别精密量取上述三种溶液各1ml,置同一200ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂,以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵17g,加水1000ml溶解,用磷酸调节pH值至3.0)为流动相,检测波长为218nm,理论板数按双氰胺峰计算不低于5000,盐酸二甲双胍峰与三聚氰胺峰的分离度应大于10.0。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使双氰胺峰的峰高约为满量程的10%,再精密量取对照溶液与供试品溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至盐酸二甲双胍色谱峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有双氰胺峰,按外标法以峰面积计算(按盐酸二甲双胍标示量计算),其含量不得过0.04%,如有其他杂质峰,单个杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)的峰面积不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的0.4倍(0.2%),其他各杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)峰面积的和不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的2倍(1.0%)。

杂质Ⅰ与杂质Ⅱ 精密称取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲12.5mg),置25ml量瓶中,加甲醇16ml,超声20分钟并振摇使格列本脲溶解,放冷,用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵1.725g,加水300ml溶解,用磷酸调节pH值至3.5±0.05)稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液滤过,续滤液作为供试品溶液;另取4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺(杂质Ⅰ)对照品与4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰氨基-甲酸乙酯(杂质Ⅱ)对照品各适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含杂质Ⅰ

与杂质Ⅱ各0.3mg的溶液,精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件,取对照品溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使对照品溶液中杂质Ⅰ色谱峰的峰高约为满量程的15%,再精密量取对照品溶液与供试品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至格列本脲色谱峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液中杂质Ⅰ和杂质Ⅱ相应的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过0.6%。

含量均匀度 格列本脲 取本品1片,置25ml量瓶(格列本脲1.25mg规格)或置50ml量瓶(格列本脲2.5mg规格)中,加甲醇适量,超声20分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第三法),以0.02%三羟甲基氨基甲烷溶液250ml为溶出介质,转速为每分钟75转,依法操作,经45分钟时,取溶液10ml,滤过,滤液备用。

盐酸二甲双胍 精密量取上述滤液适量,用溶出介质稀释制成每1ml中含盐酸二甲双胍5μg(按标示量计算)的溶液,作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在233nm的波长处测定吸光度,另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液,作为对照品溶液,同法测定。计算出每片中盐酸二甲双胍的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

格列本脲 取上述滤液作为供试品溶液。另精密称取格列本脲对照品约12.5mg,置25ml量瓶中,加甲醇适量,超声20分钟使格列本脲溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取1ml,置100ml量瓶(格列本脲1.25mg规格)或置50ml量瓶(格列本脲2.5mg规格)中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件,唯检测波长改为225nm,精密量取供试品溶液和对照品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算出每片中格列本脲的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 **盐酸二甲双胍** 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍50mg),置100ml量瓶中,加水适量,超声5分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液1ml,置100ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在233nm的波长处测定吸光度,另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含5μg的溶液,作为对照品溶液,同法测定,计算,即得。

格列本脲 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵1.725g,加水300ml溶解,用磷酸调节pH值至3.5±0.05)(50∶30)为流动相;检测波长为300nm。取杂质Ⅰ与杂质Ⅱ检查项下的对照溶液20μl注入液相色谱仪,记录色谱图。理论板数按格列本脲峰计算不低于5000,杂质Ⅰ峰与杂质Ⅱ峰的分离度应符合要求。

测定法 精密称取盐酸二甲双胍含量测定项下的细粉适量(约相当于格列本脲5mg),置100ml量瓶中,加甲醇适量,超声20分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取格列本脲对照品适量,精密称定,加甲醇适量使溶解,并用流动相定量稀释制成每1ml中含50μg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 降血糖药。

【规格】 (1)每片含盐酸二甲双胍250mg与格列本脲1.25mg (2)每片含盐酸二甲双胍500mg与格列本脲2.5mg

【贮藏】 密封保存。

二甲双胍格列本脲片(Ⅱ)

Erjiashuangggua Geliebenniao Pian(Ⅱ)

Metformin Hydrochloride and Glibenclamide Tablets(Ⅱ)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的95.0%～105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

	处方1	处方2
盐酸二甲双胍	500g	250g
格列本脲	5g	2.5g
辅料	适量	适量
制成	1000片	1000片

【性状】 本品为白色至类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸二甲双胍50mg),加水10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液2ml,加10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置20分钟使用)10ml,3分钟内溶液呈红色。

(2)取含量测定盐酸二甲双胍项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在233nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定格列本脲项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液，应显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 有关物质 取本品30片，包衣片除去包衣，研细，精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍50mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，超声5分钟使盐酸二甲双胍溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；取双氰胺对照品适量，精密称定，用流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，作为双氰胺对照品溶液；另取三聚氰胺适量，用流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，作为三聚氰胺对照溶液。分别精密量取上述三种溶液各1ml，置同一200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂，以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵17g，加水1000ml溶解，用磷酸调节pH值至3.0)为流动相，检测波长为218nm，理论板数按双氰胺峰计算不低于5000，盐酸二甲双胍峰与三聚氰胺峰的分离度应大于10.0。取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使双氰胺峰的峰高约为满量程的10%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至盐酸二甲双胍色谱峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有双氰胺峰，按外标法以峰面积计算，其含量不得过0.04%，如有其他杂质峰，单个杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)的峰面积不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的0.4倍(0.2%)，其他各杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)峰面积的和不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的2倍(1.0%)。

杂质Ⅰ与杂质Ⅱ 精密称取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲12.5mg)，置25ml量瓶中，加甲醇16ml，超声20分钟并振摇使格列本脲溶解，放冷，用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵1.725g，加水300ml溶解，用磷酸调节pH值至3.5±0.05)稀释至刻度，摇匀，离心，取上清液滤过，续滤液作为供试品溶液；另取4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺(杂质Ⅰ)对照品与4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰氨基-甲酸乙酯(杂质Ⅱ)对照品各适量，精密称定，用甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含杂质Ⅰ与杂质Ⅱ各0.3mg的溶液，精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件，取对照品溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使对照品溶液中杂质Ⅰ色谱峰的峰高约为满量程的15%，再精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至格列本脲色谱峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液中杂质Ⅰ和杂质Ⅱ相应的色谱峰，按外标法以峰面积计算，均不得过0.6%。

含量均匀度 格列本脲 取本品1片，置50ml量瓶(格列本脲2.5mg规格)或置100ml量瓶(格列本脲5mg规格)中，加流动相适量，超声20分钟使格列本脲溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第三法)，以0.02%三羟甲基氨基甲烷溶液250ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml，滤过，滤液备用。

盐酸二甲双胍 精密量取上述滤液适量，用溶出介质稀释制成每1ml中含盐酸二甲双胍5μg(按标示量计算)的溶液，作为供试品溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在233nm的波长处测定吸光度；另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量，加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液，作为对照品溶液，同法测定。计算出每片中盐酸二甲双胍的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

格列本脲 取上述滤液作为供试品溶液。另精密称取格列本脲对照品约12.5mg，置25ml量瓶中，加甲醇适量，超声20分钟使格列本脲溶解，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，精密量取1ml，置50ml量瓶(格列本脲2.5mg规格)或置25ml量瓶(格列本脲5mg规格)中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件，唯检测波长改为225nm，精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算出每片中格列本脲的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 盐酸二甲双胍 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍50mg)，置100ml量瓶中，加水适量，超声5分钟使盐酸二甲双胍溶解，放冷，加水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液1ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在233nm的波长处测定吸光度；另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液，作为对照品溶液，同法测定，计算，即得。

格列本脲 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵1.725g，加水300ml溶解，用磷酸调节pH值至3.5±0.05)(50：30)为流动相；检测波长为300nm。取杂质Ⅰ与杂质Ⅱ检查项下的对照溶液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图。理论板数按格列本脲峰计算不低于5000，杂质Ⅰ峰与杂质Ⅱ峰的分离度应符合要求。

测定法 精密称取盐酸二甲双胍含量测定项下的细粉适量(约相当于格列本脲5mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，超声20分钟使格列本脲溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取格列本脲对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含50μg的溶液，同法测定。按外标

法以峰面积计算,即得。

【类别】 降血糖药。

【规格】 (1)每片含盐酸二甲双胍 250mg 与格列本脲 2.5mg (2)每片含盐酸二甲双胍 500mg 与格列本脲 5mg

【贮藏】 密封保存。

二甲双胍格列本脲胶囊(Ⅰ)

Erjiashuangggua Geliebenniao Jiaonang(Ⅰ)

Metformin Hydrochloride and Glibenclamide Capsules(Ⅰ)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%～105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

【处方】

盐酸二甲双胍	250g
格列本脲	1.25g
辅料	适量
制成	1000 粒

【性状】 本品的内容物为白色至类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液 2ml,加 10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置 20 分钟使用)10ml,3 分钟内溶液呈红色。

(2)取盐酸二甲双胍含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

(3)在格列本脲含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 取本品 30 粒的内容物,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;取双氰胺对照品适量,精密称定,用流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,作为双氰胺对照品溶液;另取三聚氰胺适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,作为三聚氰胺对照溶液。分别精密量取上述三种溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂,以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 17g,加水 1000ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相,检测波长为 218nm,理论板数按双氰胺峰计算不低于 5000,盐酸二甲双胍峰与三聚氰胺峰的分离度应大于 10.0。取对照溶液 10μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使双氰胺峰的峰高约为满量程的 10%,再精密量取对照溶液与供试品溶液各 10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至盐酸二甲双胍峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有双氰胺峰,按外标法以峰面积计算(按盐酸二甲双胍标示量计算),其含量不得过 0.04%,如有其他杂质峰,单个杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)的峰面积不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的 0.4 倍(0.2%),其他各杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)峰面积的和不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的 2 倍(1.0%)。

杂质Ⅰ与杂质Ⅱ 精密称取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲 12.5mg),置 25ml 量瓶中,加甲醇 16ml,超声 20 分钟并振摇使格列本脲溶解,放冷,用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5±0.05)稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液滤过,续滤液作为供试品溶液;另取 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰胺(杂质Ⅰ)对照品与 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰氨基-甲酸乙酯(杂质Ⅱ)对照品各适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含杂质Ⅰ与杂质Ⅱ各 0.3mg 的溶液,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件,取对照品溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使对照品溶液中杂质Ⅰ色谱峰的峰高约为满量程的 15%,再精密量取对照品溶液与供试品溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至格列本脲色谱峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液中杂质Ⅰ和杂质Ⅱ相应的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过 0.6%。

含量均匀度 格列本脲 取本品 1 粒,置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,超声 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第三法),以 0.02%三羟甲基氨基甲烷溶液 250ml 为溶出介质,转速为每分钟 75 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶液 10ml,滤过,滤液备用。

盐酸二甲双胍 精密量取上述滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含盐酸二甲双胍 5μg(按盐酸二甲双胍标示量计算)的溶液,作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在 233nm 的波长处测定吸光度,另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量,加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液,作为对照品溶液,同法测定。计算出每粒中盐酸二甲双胍的溶出量。限度为标示量的 80%,应符合规定。

格列本脲 取上述滤液作为供试品溶液。另精密称取格

列本脲对照品约 12.5mg,置 25ml 量瓶中,加甲醇适量,超声 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件,唯检测波长改为 225nm,精密量取供试品溶液和对照品溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算出每粒中格列本脲的溶出量。限度为标示量的 75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 **盐酸二甲双胍** 取本品 20 粒的内容物,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加水适量,超声 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 1ml,置 100ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在 233nm 的波长处测定吸光度,另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液,作为对照品溶液,同法测定,计算,即得。

格列本脲 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5±0.05)(50:30)为流动相;检测波长为 300nm。取杂质Ⅰ与杂质Ⅱ检查项下的对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图。理论板数按格列本脲峰计算不低于 5000,杂质Ⅰ峰与杂质Ⅱ峰的分离度应符合要求。

测定法 精密称取盐酸二甲双胍含量测定项下的细粉适量(约相当于格列本脲 5mg),置 100ml 量瓶中,加甲醇适量,超声 20 分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取格列本脲对照品适量,精密称定,加甲醇适量使溶解,并用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 50μg 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 降血糖药。

【规格】 每粒含盐酸二甲双胍 250mg 与格列本脲 1.25mg

【贮藏】 密封保存。

二甲双胍格列本脲胶囊(Ⅱ)

Erjiashuangguа Geliebenniao Jiaonang(Ⅱ)

Metformin Hydrochloride and Glibenclamide Capsules(Ⅱ)

本品含盐酸二甲双胍($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%~105.0%;含格列本脲($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$)应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

盐酸二甲双胍	250g
格列本脲	2.5g
辅料	适量
制成	1000 粒

【性状】 本品的内容物为白色至类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),加水 10ml,振摇使盐酸二甲双胍溶解,滤过,取续滤液 2ml,加 10%亚硝基铁氰化钠溶液-铁氰化钾试液-10%氢氧化钠溶液(等体积混合,放置 20 分钟使用)10ml,3 分钟内溶液呈红色。

(2)取盐酸二甲双胍含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 233nm 的波长处有最大吸收。

(3)在格列本脲含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取鉴别(1)项下的滤液应显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 取本品 30 粒的内容物,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍 50mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,超声 5 分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;取双氰胺对照品适量,精密称定,用流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,作为双氰胺对照品溶液;另取三聚氰胺适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.2mg 的溶液,作为三聚氰胺对照溶液。分别精密量取上述三种溶液各 1ml,置同一 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂,以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 17g,加水 1000ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相,检测波长为 218nm,理论板数按双氰胺峰计算不低于 5000,盐酸二甲双胍峰与三聚氰胺峰的分离度应大于 10.0。取对照溶液 10μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使双氰胺峰的峰高约为满量程的 10%,再精密量取对照溶液与供试品溶液各 10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至盐酸二甲双胍峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有双氰胺峰,按外标法以峰面积计算(按盐酸二甲双胍标示量计算),其含量不得过 0.04%,如有其他杂质峰,单个杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)的峰面积不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的 0.4 倍(0.2%),其他各杂质峰(保留时间在双氰胺峰之后)峰面积的和不得大于对照溶液中盐酸二甲双胍峰面积的 2 倍(1.0%)。

杂质Ⅰ与杂质Ⅱ 精密称取有关物质项下的细粉适量(约相当于格列本脲 12.5mg),置 25ml 量瓶中,加甲醇 16ml,超声 20 分钟并振摇使格列本脲溶解,放冷,用磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g,加水 300ml 溶解,用磷酸调节 pH 值至 3.5±0.05)稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液滤过,续滤液作为供试品溶液;另取 4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-

乙基]-苯磺酰胺(杂质Ⅰ)对照品与4-[2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基]-苯磺酰氨基-甲酸乙酯(杂质Ⅱ)对照品各适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含杂质Ⅰ与杂质Ⅱ各0.3mg的溶液,精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件,取对照品溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使对照品溶液中杂质Ⅰ峰的峰高约为满量程的15%,再精密量取对照品溶液与供试品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至格列本脲色谱峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液中杂质Ⅰ和杂质Ⅱ相应的色谱峰,按外标法以峰面积计算,均不得过0.6%。

含量均匀度　格列本脲　取本品1粒,置50ml量瓶中,加甲醇适量,超声20分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液。照含量测定格列本脲项下的方法测定格列本脲的含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度　取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第三法),以0.02%三羟甲基氨基甲烷溶液250ml为溶出介质,转速为每分钟75转,依法操作,经45分钟时,取溶液10ml,滤过,滤液备用。

盐酸二甲双胍　精密量取上述滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中含盐酸二甲双胍5μg(按盐酸二甲双胍标示量计算)的溶液,作为供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在233nm的波长处测定吸光度,另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液,作为对照品溶液,同法测定。计算出每粒中盐酸二甲双胍的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

格列本脲　取上述滤液作为供试品溶液。另精密称取格列本脲对照品约12.5mg,置25ml量瓶中,加甲醇适量,超声20分钟使格列本脲溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取1ml,置50ml量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定格列本脲项下的色谱条件,唯检测波长改为225nm,精密量取供试品溶液和对照品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算出每粒中格列本脲的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】　**盐酸二甲双胍**　取本品20粒的内容物,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸二甲双胍50mg),置100ml量瓶中,加水适量,超声5分钟使盐酸二甲双胍溶解,放冷,加水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液1ml,置100ml量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在233nm的波长处测定吸光度,另精密称取盐酸二甲双胍对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液,作为对照品溶液,同法测定,计算,即得。

格列本脲　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵1.725g,加水300ml溶解,用磷酸调节pH值至3.5±0.05)(50∶30)为流动相;检测波长为300nm。取杂质Ⅰ与杂质Ⅱ检查项下的对照溶液20μl注入液相色谱仪,记录色谱图。理论板数按格列本脲峰计算不低于5000,杂质Ⅰ与杂质Ⅱ峰的分离度应符合要求。

测定法　精密称取含量测定盐酸二甲双胍项下的细粉适量(约相当于格列本脲5mg),置100ml量瓶中,加甲醇适量,超声20分钟使格列本脲溶解,放冷,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取格列本脲对照品适量,精密称定,加甲醇适量使溶解,并用流动相定量稀释制成每1ml中含50μg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】　降血糖药。

【规格】　每粒含盐酸二甲双胍250mg与格列本脲2.5mg

【贮藏】　密封保存。

二羟丙茶碱氯化钠注射液

Erqiangbingchajian Lühuana Zhusheye

Diprophylline and Sodium Chloride Injection

本品为二羟丙茶碱和氯化钠制成的灭菌水溶液。含二羟丙茶碱($C_{10}H_{14}N_4O_4$)应为标示量的95.0%～105.0%,含氯化钠(NaCl)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】　本品为无色的澄明液体。

【鉴别】　(1)取本品20ml,置水浴上蒸干,加盐酸1ml与氯酸钾0.1g,继续蒸干,残渣遇氨气后应显紫色,再加氢氧化钠试液数滴,紫色即消失。

(2)取本品适量,用水稀释制成每1ml中约含二羟丙茶碱0.2mg的溶液作为供试品溶液;另取二羟丙茶碱对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,照有关物质项下的色谱条件试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在273nm的波长处有最大吸收,在246nm的波长处有最小吸收。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应和氯化物鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】　**pH值**　应为5.0～7.0(附录Ⅵ H)。

有关物质　精密量取本品适量,用水定量稀释制成每1ml中约含二羟丙茶碱1mg的溶液作为供试品溶液,照二羟丙茶碱有关物质项下的方法测定,供试品溶液的色谱图中如

有茶碱峰，按外标法以峰面积计算，不得过标示量的0.5%，其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中二羟丙茶碱峰面积（0.5%）。

重金属 取本品50ml，蒸发至约20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液（pH 3.5）2ml与水适量使成25ml，依法检查（附录Ⅷ H第一法），含重金属不得过千万分之三。

渗透压摩尔浓度 取本品，依法测定（附录Ⅸ G），渗透压摩尔浓度应为260～320mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每1ml中含内毒素的量应小于0.50EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】 **二羟丙茶碱** 精密量取本品适量，用水定量稀释制成每1ml中含二羟丙茶碱12.5μg的溶液，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在273nm的波长处测定吸光度；另取二羟丙茶碱对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，同法操作，计算，即得。

氯化钠 精密量取本品15ml，加水35ml、2%糊精溶液5ml、2.5%硼砂溶液2ml与荧光黄指示液5～8滴，用硝酸银滴定液（0.1mol/L）滴定。每1ml硝酸银滴定液（0.1mol/L）相当于5.844mg的NaCl。

【类别】 同二羟丙茶碱。

【规格】 （1）100ml：二羟丙茶碱0.5g与氯化钠0.9g （2）100ml：二羟丙茶碱0.25g与氯化钠0.9g

【贮藏】 遮光，密闭保存。

马来酸依那普利分散片

Malaisuan Yinapuli Fensanpian

Enalapril Maleate Dispersible Tablets

本品含马来酸依那普利（$C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$）应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 （1）取本品的细粉适量（约相当于马来酸依那普利20mg），加稀硫酸2ml，搅拌，滤过，滤液滴加高锰酸钾试液，红色即消失。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含马来酸依那普利2mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含马来酸依那普利20μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使依那普利色谱峰的峰高约为满量程的15%，再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至依那普利双酮出峰完毕，供试品溶液色谱图中如有杂质峰（马来酸峰除外），依那普利拉峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积的1.5倍（1.5%），依那普利双酮峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积（1.0%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中依那普利峰面积的0.5倍（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中依那普利峰面积的3倍（3.0%）。供试品溶液中任何小于对照溶液中依那普利峰面积0.02倍的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品1片，置25ml量瓶中，加水适量，振摇使马来酸依那普利溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，照含量测定项下的方法测定含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第一法），以水500ml为溶出介质，转速为每分钟75转，经5分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取马来酸依那普利对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲溶液（0.01mol/L磷酸二氢钾溶液，用磷酸调节pH值至2.2）-乙腈（75∶25）为流动相；检测波长为215nm；柱温为50℃。取马来酸适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液；另分别取依那普利拉对照品、马来酸依那普利对照品和依那普利双酮对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中各约含20μg的混合溶液。取马来酸溶液和混合溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，依那普利峰拖尾因子应不大于2.0，马来酸峰与依那普利拉峰的分离度应符合要求，依那普利拉、依那普利与依那普利双酮各峰之间的分离度应不小于4.0。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于马来酸依那普利20mg），置100ml量瓶中，加水适量，振摇使马来酸依那普利溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取马来酸依那普利对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，同法测定，按外标法以依那普利峰面积计算，即得。

【类别】 同马来酸依那普利。

【规格】 5mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

扎来普隆片

Zhalaipulong Pian

Zaleplon Tablets

本品含扎来普隆（$C_{17}H_{15}N_5O$）应为标示量的90.0%～

110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于扎来普隆5mg)，加乙醇5ml，振摇使扎来普隆溶解，滤过，滤液置紫外光灯(365nm)下检视，显黄绿色荧光。

(2)取本品细粉适量(约相当于扎来普隆5mg)，置100ml量瓶中，加乙醇适量，振摇使扎来普隆溶解，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液适量，用乙醇稀释制成每1ml中约含扎来普隆5μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在232nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的细粉适量(约相当于扎来普隆5mg)，置25ml量瓶中，加乙腈10ml，超声使扎来普隆溶解，并用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取1ml，置200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液10μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

含量均匀度 取本品1片，置50ml量瓶中，加水2ml，使片剂崩解后，加乙腈10ml，超声使扎来普隆溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置25ml量瓶中(5mg规格)，或置50ml量瓶中(10mg规格)，用流动相稀释至刻度，摇匀，照含量测定项下方法，自"精密量取10μl，注入液相色谱仪"起，依法测定含量，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以水500ml(5mg规格)或1000ml(10mg规格)为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经30分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取扎来普隆对照品适量，精密称定，加乙腈10ml使溶解，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下方法，精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，计算每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(35∶65)为流动相；检测波长为231nm。理论板数按扎来普隆峰计算不低于3000，扎来普隆峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于扎来普隆5mg)，置50ml量瓶中，加乙腈10ml，超声使扎来普隆溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置25ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取扎来普隆对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同扎来普隆。

【规格】 (1)5mg　(2)10mg

【贮藏】 避光，密封保存。

扎来普隆胶囊

Zhalaipulong Jiaonang

Zaleplon Capsules

本品含扎来普隆($C_{17}H_{15}N_5O$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒和粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物，研细，称取细粉适量(约相当于扎来普隆5mg)，加乙醇5ml，振摇使扎来普隆溶解，滤过，滤液置紫外光灯(365nm)下检视，显黄绿色荧光。

(2)取本品内容物，研细，称取细粉适量(约相当于扎来普隆5mg)，置100ml量瓶中，加乙醇适量，振摇使扎来普隆溶解，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液适量，用乙醇稀释制成每1ml中约含扎来普隆5μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在232nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的细粉适量(约相当于扎来普隆5mg)，置25ml量瓶中，加乙腈-水(50∶50)适量，振摇使扎来普隆溶解，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取1ml，置200ml量瓶中，用乙腈-水(50∶50)稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液10μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

含量均匀度 取本品1粒，将内容物倾入50ml量瓶中，囊壳用乙腈5ml分次洗净，洗液并入量瓶中，充分振摇使扎来普隆溶解，用乙腈-水(50∶50)稀释至刻度，摇匀，滤过。精密量取续滤液5ml，置25ml量瓶中(5mg规格)，或置50ml量瓶

中(10mg规格),用乙腈-水(50:50)稀释至刻度,摇匀。照含量测定项下的方法,自"精密量取10μl,注入液相色谱仪"起,依法测定含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度　取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水500ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经30分钟时,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液(5mg规格);或取续滤液5ml,置10ml量瓶中,用乙腈-水(50:50)稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液(10mg规格);另取扎来普隆对照品适量,精密称定,加乙腈-水(50:50)溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法,精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(35:65)为流动相;检测波长为231nm。理论板数按扎来普隆峰计算不低于3000,扎来普隆峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法　取本品20粒,精密称定,计算平均装量,取内容物,研细,混匀,精密称取适量(约相当于扎来普隆5mg),置50ml量瓶中,加乙腈-水(50:50)适量,振摇使扎来普隆溶解,并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置25ml量瓶中,用乙腈-水(50:50)稀释至刻度,摇匀,精密量取10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取扎来普隆对照品适量,精密称定,加乙腈-水(50:50)溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】　同扎来普隆。

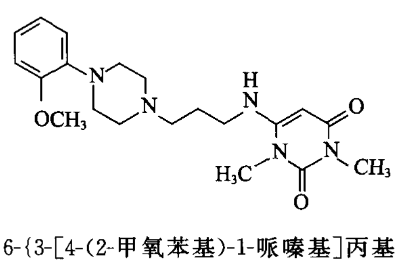
【规格】　(1)5mg　(2)10mg

【贮藏】　遮光,密封保存。

乌拉地尔

Wuladi'er

Urapidil



本品为6-{3-[4-(2-甲氧苯基)-1-哌嗪基]丙基}氨基-1,3-二甲基-2,4(1*H*,3*H*)-嘧啶二酮。按干燥品计算,含$C_{20}H_{29}N_5O_3$不得少于99.0%。

【性状】　本品为白色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中易溶,在甲醇或乙醇中溶解,在丙酮中略溶,在石油醚或水中不溶;在0.1mol/L盐酸溶液中略溶。

【鉴别】　(1)取本品约50mg,加丙二酸约30mg与醋酐0.5ml,在80~90℃水浴中加热10分钟,应显红棕色。

(2)取本品,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中含8μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在268nm的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集910图)一致。

【检查】　**溶液的澄清度与颜色**　取本品0.5g,加0.1mol/L盐酸溶液25ml,溶液应澄清无色。

有关物质　取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置200ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

残留溶剂　1,2-二氯乙烷、乙醇、丙酮与苯　取本品约1g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入稀硫酸10ml,密封,作为供试品溶液;另精密称取1,2-二氯乙烷、乙醇、丙酮与苯各适量,加稀硫酸制成每1ml中含1,2-二氯乙烷0.5μg、乙醇0.5mg、丙酮0.5mg和苯0.2μg的溶液,精密量取10ml,置顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第一法)测定,以聚乙二醇为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为80℃;检测器温度为200℃;进样口温度为200℃;顶空瓶平衡温度为85℃,平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样,各成分色谱峰之间的分离度均应符合要求。精密量取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

干燥失重　取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸钠溶液(取无水醋酸钠8.2g和冰醋酸40ml,加水溶解并稀释至600ml)-甲醇(70:30)为流动相;检测波长为268nm。取乌拉地尔对照品及1,3-二甲基-4-(γ-氯丙基氨基)尿嘧啶对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中分别含乌拉地尔0.1mg及1,3-二甲基-4-(γ-氯丙基氨基)尿嘧啶

0.01mg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，乌拉地尔峰与 1,3-二甲基-4-(γ-氯丙基氨基)尿嘧啶峰的分离度应符合要求，理论板数按乌拉地尔计算不低于 2000。

测定法 取本品约 25mg，精密称定，置 25ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取乌拉地尔对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗高血压药。

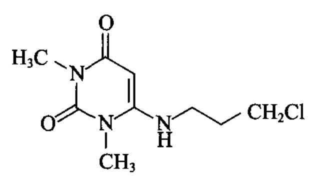
【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

【制剂】 乌拉地尔注射液

附：

1,3-二甲基-4-(γ-氯丙基氨基)尿嘧啶

1,3-dimethyl-4-(γ-chloropropylamino)uracil



$C_9H_{14}ClN_3O_2$ 231.68

乌拉地尔注射液

Wuladi'er Zhusheye

Urapidil Injection

本品为乌拉地尔的灭菌水溶液。含乌拉地尔($C_{20}H_{29}N_5O_3$)应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量，加水稀释制成每 1ml 中约含乌拉地尔 0.01mg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 268nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH 值** 应为 4.0～7.0(附录Ⅵ H)。

有关物质 取本品 5ml，置 25ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 200ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%，精密量取供试品溶液和对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%)。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每 1mg 乌拉地尔中含内毒素的量应小于 1.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸钠溶液(取无水醋酸钠 8.2g 和冰醋酸 40ml，加水溶解并稀释至 600ml)-甲醇(70：30)为流动相；柱温为 30℃；检测波长为 268nm。取乌拉地尔对照品及 1,3-二甲基-4-(γ-氯丙基氨基)尿嘧啶对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中分别含乌拉地尔 0.1mg 及 1,3-二甲基-4-(γ-氯丙基氨基)尿嘧啶 0.01mg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，乌拉地尔峰与 1,3-二甲基-4-(γ-氯丙基氨基)尿嘧啶峰的分离度应符合要求，理论板数按乌拉地尔峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取本品 2ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取乌拉地尔对照品约 25mg，精密称定，置 25ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，再精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。精密量取供试品溶液和对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同乌拉地尔。

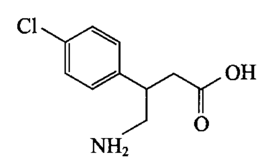
【规格】 5ml：25mg

【贮藏】 遮光，密闭，在阴凉处保存。

巴 氯 芬

Balüfen

Baclofen



$C_{10}H_{12}ClNO_2$ 213.66

本品为 β-(氨基甲基)-4 氯-氢化肉桂酸。按干燥品计算，含 $C_{10}H_{12}ClNO_2$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭，几乎无味。

本品在水中微溶，在甲醇中极微溶解，在三氯甲烷中不溶；在稀酸或稀碱中略溶。

【鉴别】 (1)取本品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.7mg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 259nm、266nm 与 275nm 的波长处有最大吸收，在 272nm 的波长处有最小吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 701 图)一致。

【检查】 **有关物质** 取本品适量，加乙醇-冰醋酸（4∶1）溶解并稀释制成每1ml中含10mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用乙醇-冰醋酸（4∶1）稀释制成每1ml中含0.05mg和0.03mg的溶液，作为对照溶液（1）与对照溶液（2）。另取4-（4-氯苯基）-2-吡咯烷酮对照品适量，加乙醇-冰醋酸（4∶1）溶解并稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，作为杂质对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述四种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4∶1∶1）为展开剂，展开，晾干，置另一充满氯气的展开缸中[缸内置一盛有高锰酸钾1g与盐酸溶液（4→10）10ml的烧杯]保持8分钟，取出薄层板在空气中放置2分钟，喷以显色剂（临用新制。取邻联甲苯胺200mg，加冰醋酸2.0ml，加热溶解，用水稀释至100ml，滤过，取适量，与等体积0.83%碘化钾溶液混合）。供试品溶液如显与4-（4-氯苯基）-2-吡咯烷酮相应的斑点，其颜色不得深于杂质对照品溶液中的主斑点（1%），若显其他杂质斑点，其颜色不得深于对照溶液（1）的主斑点（0.5%），供试品溶液所显杂质斑点总量不得大于2.0%。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过2.0%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下的遗留残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约150mg，精密称定，加冰醋酸20ml溶解，照电位滴定法（附录Ⅶ A），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于21.37mg的$C_{10}H_{12}ClNO_2$。

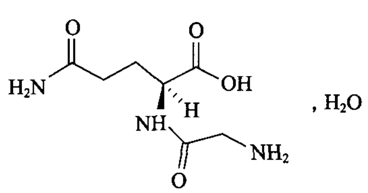
【类别】 中枢性肌肉松弛药。

【贮藏】 密闭保存。

甘氨酰谷氨酰胺

Gan'anxian Gu'anxian'an

Glycylglutamine



$C_7H_{13}N_3O_4 \cdot H_2O$　221.22

本品为甘氨酰-L-谷氨酰胺一水合物。按无水物计算，含$C_7H_{13}N_3O_4$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末；无臭，味苦。

本品在水中易溶，在乙醇、丙酮或乙醚中不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水溶解并稀释制成每1ml中约含40mg的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为−1.2°至−2.4°。

【鉴别】 （1）取本品约20mg，加水约1ml溶解，再加茚三酮试液5滴，加热，即显蓝紫色。

（2）取本品约0.2g，置试管中，加氢氧化钠试液5ml，缓缓煮沸，即发生氨臭，能使润湿的红色石蕊试纸变蓝。

（3）本品红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

【检查】 **酸度** 取本品1.0g，加水20ml使溶解，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为4.5～6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品适量，加水制成每1ml中含0.1g的溶液，溶液应澄清无色，如显浑浊，与1号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，不得更浓；如显色，与黄色1号标准比色液（附录Ⅸ A第一法）比较，不得更深。

氯化物 取本品0.3g，依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.02%）。

铵盐 取本品0.1g，在60℃以下减压蒸馏，依法检查（附录Ⅷ K），与标准氯化铵溶液10.0ml制成的对照液比较，不得更深（0.10%）。

有关物质 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用氨基键合硅胶为填充剂；以0.05mol/L磷酸二氢钠溶液（用磷酸调节pH值为4.5）-乙腈（35∶65）为流动相；检测波长为210nm。理论板数按甘氨酰谷氨酰胺峰计算不低于2000。取本品50mg，置50ml量瓶中，加浓过氧化氢溶液5ml，放置30分钟，用流动相稀释至刻度，作为系统适用性溶液。取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图。甘氨酰谷氨酰胺峰与相邻杂质峰间的分离度应符合要求。

测定法 取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含1.0mg的溶液，作为供试品溶液；另取环-（甘氨酰-谷氨酰胺）对照品、焦谷氨酸对照品适量，分别精密称定，加流动相溶解并稀释制成每1ml中各含0.5mg的溶液，作为对照品溶液；分别精密量取供试品溶液和对照品溶液1ml，置同一100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使甘氨酰谷氨酰胺色谱峰的峰高为满量程的10%～20%，再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，环-（甘氨酰-谷氨酰胺）、焦谷氨酸峰面积应不得大于对照溶液中环-（甘氨酰-谷氨酰胺）、焦谷氨酸的峰面积（0.5%）；其他单个未知杂质峰面积不得大于对照溶液中甘氨酰谷氨酰胺峰面积的0.5倍（0.5%）；其他未知杂质峰面积的和不得大于对照溶液中甘氨酰谷氨酰胺峰面积（1.0%）。

残留溶剂 乙醇、乙酸乙酯与甲苯 取本品50mg，精密称定，置顶空瓶中，精密加水1ml使溶解，密封，作为供试品溶液；分别精密称取乙醇、乙酸乙酯、甲苯各适量，加二甲基亚砜

稀释制成对照品贮备液；分别精密量取对照品贮备液适量，用水稀释制成每1ml中含乙醇250μg、乙酸乙酯250μg和甲苯44.5μg的混合溶液，精密量取1ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第二法）测定，以5%苯基二甲聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱；起始温度为40℃，维持6分钟，以每分钟10℃的速率升温至160℃，维持3分钟。进样口温度为200℃；检测器温度为250℃；顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为40分钟。取对照品溶液顶空进样，各主峰之间的分离度均应符合要求。取对照品和供试品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，应符合规定。

水分 取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法 A）测定，含水分应为7.0%～9.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约0.15g，精密称定，加无水甲酸2ml，冰醋酸40ml，照电位滴定法（附录Ⅶ A），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于20.32mg的$C_7H_{13}N_3O_4$。

【类别】 氨基酸类药。

【贮藏】 密封保存。

甘氨酸茶碱钠片

Gan'ansuan Chajianna Pian

Theophylline Sodium Glycinate Tablets

本品含甘氨酸茶碱钠以无水茶碱（$C_7H_8N_4O_2$）计算，应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 （1）取本品细粉适量（约相当于无水茶碱0.5g），分次加正己烷10ml、15ml研磨，弃去正己烷，残渣用6mol/L氨溶液-水（1：1）20ml分二次研磨，滤过，合并滤液，置水浴上蒸发至约5ml，用冰醋酸中和至对石蕊试纸显中性，搅拌冷却至15℃，使茶碱析出，滤过，用水洗涤，在105℃干燥1小时，取约10mg，加盐酸1ml与氯酸钾0.1g，置水浴上蒸干，遗留的残渣，遇氨气即变为紫色，再加氢氧化钠试液数滴，紫色即消失。

（2）取本品细粉适量（约相当于无水茶碱25mg），加水10ml使甘氨酸茶碱钠溶解，滤过，取滤液作为供试品溶液；另取茶碱对照品适量，加三氯甲烷-甲醇（6：4）制成每1ml中约含2mg的溶液，作为对照品溶液（1）；另取甘氨酸对照品适量，加水制成每1ml中约含2mg的溶液，作为对照品溶液（2）。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述三种溶液各10μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以正丁醇-冰醋酸-水（4：1：1）为展开剂，展开后，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液（1）的主斑点相同；再喷以茚三酮试液，在80℃加热至出现明显斑点，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液（2）的主斑点相同。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量（约相当于无水茶碱0.1g），置50ml量瓶中，加流动相适量，超声使甘氨酸茶碱钠溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取1ml，置200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰（除糊精峰外），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（0.5%）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第一法），以水900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经45分钟时，取溶液滤过，精密量取续滤液2ml，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取茶碱对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含7μg的溶液，作为对照品溶液。照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在272nm的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸盐缓冲液（取醋酸钠1.36g，加水100ml使溶解，加冰醋酸5ml，再加水稀释至1000ml，摇匀）-乙腈（93：7）为流动相；检测波长为271nm；取茶碱和可可碱适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中各含10μg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按茶碱峰计算不低于5000，可可碱峰与茶碱峰的分离度应大于2.0。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于无水茶碱0.1g），置100ml量瓶中，加流动相适量，超声使甘氨酸茶碱钠溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取茶碱对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同甘氨酸茶碱钠。

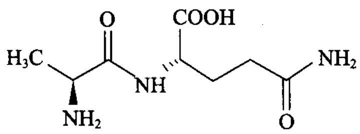
【规格】 按$C_7H_8N_4O_2$计 （1）0.138g （2）0.165g

【贮藏】 遮光，密封保存。

丙氨酰谷氨酰胺

Bing'anxian Gu'anxian'an

Alanyl Glutamine



$C_8H_{15}N_3O_4$ 217.15

本品为N(2)-L-丙氨酰-L-谷氨酰胺。按干燥品计算，含$C_8H_{15}N_3O_4$不得少于98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末；无臭，无味。

本品在水中易溶，在乙醇、丙酮或乙醚中不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水溶解并稀释制成每1ml中含50mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ E)，比旋度为+9.5°至+11.0°。

【鉴别】 (1)取本品约20mg，加水1ml使溶解，加茚三酮试液5滴，加热，即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 **酸度** 取本品1.0g，加水10ml使溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为5.0～6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品1.0g，加水5ml使溶解，溶液应澄清无色。如显浑浊，与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，不得更浓；如显色，与黄色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较，不得更深。

氯化物 取本品0.30g，依法检查(附录Ⅷ A)，与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.02%)。

硫酸盐 取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ B)，与标准硫酸钾溶液2.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.02%)。

铵盐 取本品0.10g，在60℃以下减压蒸馏，依法检查(附录Ⅷ K)，与标准氯化铵溶液8.0ml制成的对照液比较，不得更深(0.08%)。

有关物质 精密称取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含丙氨酰谷氨酰胺4mg的溶液，作为供试品溶液；分别精密称取各杂质对照品适量，按下表的浓度用流动相溶解并稀释制成对照品混合溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照品溶液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，各杂质峰之间的分离度应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)不得过0.2%，含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰)不得过0.04%，含L-焦谷氨酰-L-丙氨酸不得过0.15%，含L-焦谷氨酸不得过0.05%，含D-丙氨酰-L-谷氨酰胺不得过0.05%，含L-丙氨酰-L-谷氨酸不得过0.5%，其他未知杂质单一色谱峰面积不得大于对照品溶液中丙氨酰谷氨酰胺峰面积(0.1%)，其他未知杂质色谱峰面积的和不得大于对照品溶液中丙氨酰谷氨酰胺峰面积的5倍(0.5%)。

杂质对照品	浓度(μg/ml)	杂质对照品	浓度(μg/ml)
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)	8	D-丙氨酰-L-谷氨酰胺	2
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰)	1.6	丙氨酰谷氨酰胺	4
L-焦谷氨酰-L-丙氨酸	6	L-丙氨酰-L-谷氨酸	20
L-焦谷氨酸	2		

残留溶剂 甲醇、乙醇、四氢呋喃与甲苯 取本品约100mg，精密称定，置顶空瓶中，精密加30%二甲基甲酰胺溶液2ml使溶解，密封，作为供试品溶液；分别精密称取甲醇、乙醇、四氢呋喃、甲苯适量，加30%二甲基甲酰胺溶液稀释制成每1ml中含甲醇150μg、乙醇250μg、四氢呋喃36μg和甲苯44.5μg的溶液，精密量取2ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定，以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱；程序升温，起始温度70℃，维持2分钟，以每分钟10℃的速率升温至120℃，再以每分钟20℃的速率升温至220℃，维持3分钟。进样口温度为200℃；检测器温度为250℃；顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为20分钟。取对照品溶液顶空进样，各成分峰间的分离度均应符合要求。精密量取对照品溶液和供试品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

铁盐 取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ G)，与标准铁溶液1.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.001%)。

重金属 取本品2.0g，加水23ml溶解后，加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml，依法检查(附录Ⅷ H第一法)，含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品2.0g，加水23ml溶解后，加盐酸5ml，依法检查(附录Ⅷ J第一法)，应符合规定(0.0001%)。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg丙氨酰谷氨酰胺中含内毒素的量应小于0.050EU。

无菌 取本品，经薄膜过滤法处理，用0.1%无菌蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于300ml)，用金黄色葡萄糖球菌做

阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定(供注射用)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用氨基键合硅胶为填充剂；以0.05mol/L磷酸二氢钾缓冲液(用磷酸调节pH值至4.0)-乙腈(35∶65)为流动相；检测波长为215nm；流速为每分钟0.7ml；柱温30℃。取D-丙氨酰-L-谷氨酰胺和丙氨酰谷氨酰胺对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含D-丙氨酰-L-谷氨酰胺10μg和丙氨酰谷氨酰胺50μg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图。理论板数按丙氨酰谷氨酰胺峰计算不低于3000，D-丙氨酰-L-谷氨酰胺峰与丙氨酰谷氨酰胺峰的分离度应符合要求。

测定法 精密称取本品适量，用流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.05mg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取丙氨酰谷氨酰胺对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 氨基酸类药。

【制剂】 (1)丙氨酰谷氨酰胺注射液 (2)注射用丙氨酰谷氨酰胺

【贮藏】 密封保存。

曾用名：N(2)-L-丙氨酰-L-谷氨酰胺

丙氨酰谷氨酰胺注射液

Bing'anxian Gu'anxian'an Zhusheye

Alanyl Glutamine Injection

本品为丙氨酰谷氨酰胺的灭菌水溶液。含丙氨酰谷氨酰胺($C_8H_{15}N_3O_4$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品1ml，加水10ml，加茚三酮试液5滴，加热，即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH值** 应为5.4～6.0(附录Ⅵ H)。

吸光度 取本品，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在400nm的波长处测定，吸光度不得过0.05。

氨 试验应在20～25℃下进行。精密量取本品5ml，置50ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密称取氯化铵31.5mg，置500ml量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，即得(每1ml中相当于20μg的NH_4^+)，作为对照品溶液。精密量取还原酶Ⅰ溶液(NADH)(取还原型辅酶Ⅰ适量，用2-氧代戊二酸缓冲液制成每1ml中含0.2mg的溶液。该溶液4℃可保存3天)1.0ml，置吸收池中，加供试品溶液0.1ml和水1.9ml，混匀，反应5分钟。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，以水为参比，在340nm波长处测定吸光度A_1，再加入谷氨酸脱氢酶溶液(GLDH)(取谷氨酸脱氢酶适量，加水配成每1ml中含1000单位的溶液)0.02ml，混匀，20分钟后测得吸光度A_2。同法测定水和对照品溶液的吸光度，分别为B_1、B_2和C_1、C_2。按下式计算，即得。含氨不得过340mg/L。

$$C(\mathrm{mg/L}) = C_{\text{对}} \times \frac{(A_1 - A_2) - (B_1 - B_2)}{(C_1 - C_2) - (B_1 - B_2)} \times 10$$

式中 $C_{\text{对}}$为对照品溶液的氨浓度(μg/ml)；

10为供试品溶液的稀释倍数。

有关物质 精密量取本品，加流动相稀释制成每1ml中约含丙氨酰谷氨酰胺4mg的溶液，作为供试品溶液；分别精密称取杂质对照品适量，按下表的浓度用流动相稀释制成对照品混合溶液。

杂质对照品	浓度(μg/ml)
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)	200
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰)	2
L-焦谷氨酰-L-丙氨酸	26
L-焦谷氨酸	10
D-丙氨酰-L-谷氨酰胺	10
丙氨酰谷氨酰胺	20
L-丙氨酰-L-谷氨酸	40

照含量测定项下的色谱条件，取对照品溶液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，各杂质峰分离度应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)不得过5.0%、含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰)不得过0.05%、含L-焦谷氨酰-L-丙氨酸不得过0.65%、含L-焦谷氨酸不得过0.25%、含D-丙氨酰-L-谷氨酰胺不得过0.25%、含L-丙氨酰-L-谷氨酸不得过1.0%，其他单个未知杂质峰面积不得大于对照品溶液中丙氨酰谷氨酰胺峰面积(0.5%)，其他未知杂质峰面积的和不得大于对照品溶液中丙氨酰谷氨酰胺峰面积的2倍(1.0%)。

重金属 取本品适量[约相当于丙氨酰谷氨酰胺2.0g]加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml，加水适量使成25ml，依法检查(附录Ⅷ H第一法)，含重金属不得过百万分之十。

渗透压摩尔浓度 取本品，依法检查(附录Ⅸ G)，本品的渗透压摩尔浓度应为900～1100mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品，以5%氢氧化钠溶解调节pH至7.0，依法检查(附录Ⅺ E)，每1ml中含细菌内毒素的量应小于0.50EU。

无菌 取本品，经薄膜过滤法处理，用0.1%无菌蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于100ml)，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 精密量取本品适量，用流动相稀释制成每1ml中约含丙氨酰谷氨酰胺0.05mg的溶液，照丙氨酰谷氨酰

胺项下的方法测定，即得。

【类别】 同丙氨酰谷氨酰胺。

【规格】 (1)50ml：10g (2)100ml：20g

【贮藏】 密闭，在阴凉处保存

曾用名：N(2)-L-丙氨酰-L-谷氨酰胺注射液

注：(1)2-氧代戊二酸缓冲液的制备 取2-氧代戊二酸220mg，用盐酸三乙醇胺缓冲液(pH 8.0)(取三乙醇胺1ml，加无氨蒸馏水60ml，用稀盐酸溶液调节pH至8.0)60ml溶解。

(2)渗透压摩尔浓度的测定用标准溶液的制备 分别精密称取500℃～650℃干燥40～50分钟并置硅胶干燥器中放冷至室温的基准氯化钠3.223g、6.437g，各加水适量使溶解并稀释至100ml，摇匀(渗透压摩尔浓度分别为1000、2000mOsmol/kg)。

注射用丙氨酰谷氨酰胺

Zhusheyong Bing'anxian Gu'anxian'an

Alanyl Glutamine for Injection

本品为丙氨酰谷氨酰胺的无菌冻干品或无菌粉末。按平均装量计算，含丙氨酰谷氨酰胺($C_8H_{15}N_3O_4$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品约20mg，加水1ml使溶解，加茚三酮试液5滴，加热，即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸度** 取本品1.0g，加水10ml使溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为5.4～6.0。

溶液的澄清度 取本品适量，加水制成每1ml中含0.2g的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，不得更浓。

吸光度 取本品，加水制成每1ml中含0.2g的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在400nm的波长处测定，吸光度不得过0.05。

氨 试验应在20～25℃下进行。精密称取本品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中含20mg的溶液，摇匀，作为供试品溶液。精密称取氯化铵31.5mg，置500ml量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液(每1ml中相当于20μg的NH_4^+)。精密量取还原酶Ⅰ溶液(NADH)(取还原型辅酶Ⅰ适量，用2-氧代戊二酸缓冲液制成每1ml中含0.2mg的溶液。该溶液4℃可保存3天)1.0ml，置吸收池中，加供试品溶液0.1ml和水1.9ml，混匀，反应5分钟。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，以水为参比，在340nm的波长处测定吸光度A_1，再加入谷氨酸脱氢酶溶液(GLDH)(取谷氨酸脱氢酶适量，加水制成每1ml中含1000单位的溶液)0.02ml，混匀，20分钟后测定吸光度A_2。同法测定水和对照品溶液的吸光度，分别为B_1、B_2和C_1、C_2。按下式计算，即得。含氨不得过0.17%。

$$含氨量\% = C_{st} \times \frac{(A_1 - A_2) - (B_1 - B_2)}{(C_1 - C_2) - (B_1 - B_2)} \times \frac{n}{W} \times 10^{-6} \times 100\%$$

式中 C_{st}为对照品溶液的氨浓度(μg/ml)；

n为供试品溶液的稀释倍数；

W为供试品的称样量。

有关物质 精密称取本品，加流动相稀释制成每1ml中约含丙氨酰谷氨酰胺4mg的溶液，作为供试品溶液；分别精密称取各杂质对照品适量，按下表的浓度用流动相稀释制成杂质对照品溶液。

杂质对照品	浓度(μg/ml)
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)	20
环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰)	1.6
L-焦谷氨酰-L-丙氨酸	20
L-焦谷氨酸	8
D-丙氨酰-L-谷氨酰胺	10
丙氨酰谷氨酰胺	20
L-丙氨酰-L-谷氨酸	20

照含量测定项下的色谱条件，取杂质对照品溶液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，各杂质峰之间的分离度应符合要求。精密量取供试品溶液与杂质对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰胺)不得过0.5%、含环-(L-丙氨酰-L-谷氨酰)不得过0.04%、含L-焦谷氨酰-L-丙氨酸不得过0.5%、含L-焦谷氨酸不得过0.2%、含D-丙氨酰-L-谷氨酰胺不得过0.25%、含L-丙氨酰-L-谷氨酸不得过0.5%，其他单个未知杂质峰面积不得大于杂质对照品溶液中丙氨酰谷氨酰胺峰面积(0.5%)，其他未知杂质峰面积的和不得大于杂质对照品溶液中丙氨酰谷氨酰胺峰面积的2倍(1.0%)。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过1.0%(无菌粉末)或3.0%(无菌冻干品)(附录Ⅷ L)。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg中含内毒素的量应小于0.050EU。

无菌 取本品，用0.1%无菌蛋白胨水溶解后，转移至0.1%无菌蛋白胨水溶液中，经薄膜过滤法处理，用0.1%无菌蛋白胨水分次冲洗(每膜不少于100ml)，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物，精密称取适量，用流动相稀释制成每1ml中约含丙氨酰谷氨酰胺0.05mg的溶液，作为供试品溶液，照丙氨酰谷氨酰胺含量测定项下的方法测定，即得。

【类别】 同丙氨酰谷氨酰胺。

【规格】 (1)10g (2)20g

【贮藏】 密闭，在阴凉处保存。

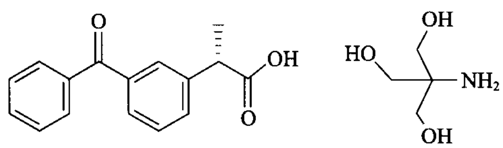
曾用名：注射用N(2)-L-丙氨酰-L-谷氨酰胺

注：2-氧代戊二酸缓冲液的制备 取2-氧代戊二酸220mg，用盐酸三乙醇胺缓冲液(pH 8.0)(取三乙醇胺1ml，加无氨蒸馏水60ml，用稀盐酸溶液调节pH至8.0)60ml溶解。

右旋酮洛芬氨丁三醇

Youxuan Tongluofen Andingsanchun

Dexketoprofen Trometamol



$C_{16}H_{14}O_3 \cdot C_4H_{11}NO_3$　375.43

本品为(+)-(*S*)-α-甲基-3-苯甲酰基-苯乙酸-α-氨基-2-(羟甲基)-1,3-丙二醇盐。按干燥品计算，含$C_{16}H_{14}O_3 \cdot C_4H_{11}NO_3$不得少于98.5%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末；有刺激性特臭。

本品在水或甲醇中易溶，在乙醚中不溶。

比旋度 取本品2g，加水50ml，充分搅拌使溶解，用0.5mol/L盐酸溶液调节pH值至1.0～1.5，使渐渐析出沉淀，继续搅拌30分钟，滤过，滤渣用水60ml洗涤3次(每次20ml)，在60℃减压干燥至恒重，精密称取适量，加二氯乙烷溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ E)，比旋度为+56.0°至+60.0°。

吸收系数 取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在260nm的波长处测定吸光度，吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为425～451。

【鉴别】 (1)取本品约50mg，加水5ml使溶解，加二硝基苯肼试液1ml，摇匀，微温，即生成橙色沉淀。

(2)取本品0.6g，加硫酸4ml，直火加热约15分钟后，放冷，缓缓加水5ml，加饱和氢氧化钠溶液使成碱性，加热，发生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝，并能使硝酸亚汞试液湿润的滤纸变黑。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 **酸度** 取本品0.25g，加水25ml使溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为5.5～7.0。

有关物质 取本品，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含100mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用甲醇定量稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为对照溶液(1)；再精密量取供试品溶液适量，用甲醇定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，作为对照溶液(2)。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲苯-异丙醚-甲酸(70：30：1)为展开剂，展开，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品溶液如显杂质斑点，与对照溶液(1)的主斑点比较，不得更深；深于对照溶液(2)的杂质斑点，不得多于3个。

葡辛胺 取本品，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含50mg的溶液，作为供试品溶液；另取葡辛胺适量，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含0.25mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取供试品溶液与对照品溶液各4μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲醇-三氯甲烷-无水甲酸(30：70：2)为展开剂，展开，晾干，将薄层板置氯气中1分钟，取出薄层板，在冷流通空气中挥去氯气，喷以新鲜配制的碘化钾-淀粉溶液(新制的淀粉指示液100ml中加碘化钾0.5g，摇匀，即得)。供试品溶液如显杂质斑点，与对照品溶液的主斑点比较，不得更深。

左旋酮洛芬 取比旋度项下干燥至恒重的滤渣适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为供试品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用KR100-5CHI-TBB色谱柱(250mm×4.6mm，10μm)；以正己烷-叔丁基甲醚-冰醋酸(65：35：0.1)为流动相；检测波长为254nm。取酮洛芬对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含1.0mg的溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按右旋酮洛芬峰计算不低于2000，左旋酮洛芬峰与右旋酮洛芬峰的分离度应不低于2.5，两个对映体峰面积之比应为1：1。取供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图至20分钟。供试品溶液的色谱图中如有左旋酮洛芬峰，按下列公式计算，左旋酮洛芬不得大于3.0%。

$$左旋酮洛芬含量(\%)=\frac{S}{R+S}\times 100$$

式中 *S*为左旋酮洛芬峰面积；

*R*为右旋酮洛芬峰面积。

干燥失重 取本品，置五氧化二磷干燥器中，在60℃减压干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约0.5g，精密称定，置分液漏斗中，加0.1mol/L盐酸溶液20ml，振摇5分钟，加乙醚振摇提取3次，每次20ml，合并乙醚液，用水20ml洗涤2次，每次10ml，分取乙醚层，将乙醚挥干，加中性乙醇(对酚酞指示液显中性)25ml，加酚酞指示液3滴，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于37.54mg的$C_{20}H_{25}NO_6$。

【类别】 解热、消炎、镇痛药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 右旋酮洛芬氨丁三醇胶囊

右旋酮洛芬氨丁三醇胶囊

Youxuan Tongluofen Andingsanchun Jiaonang

Dexketoprofen Trometamol Capsules

本品含右旋酮洛芬氨丁三醇按右旋酮洛芬($C_{16}H_{14}O_3$)计,应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于右旋酮洛芬氨丁三醇75mg),加水4ml,振摇使右旋酮洛芬氨丁三醇溶解,滤过,取滤液,加二硝基苯肼试液1ml,摇匀,加热,放冷,即产生橙色沉淀。

(2)取本品内容物适量(约相当于右旋酮洛芬氨丁三醇185mg),加硫酸4ml,直火加热约15分钟后,放冷,缓缓加水5ml,加饱和氢氧化钠溶液使成碱性,加热,发生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

(3)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在260nm的波长处有最大吸收。

(4)取本品内容物适量(约相当于右旋酮洛芬5.0mg),置10ml量瓶中,加流动相使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取右旋酮洛芬对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液,作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用KR100-5CHT-TBB色谱柱(250mm×4.6mm,10μm);以正己烷-叔丁基甲醚-冰醋酸(65∶35∶0.1)为流动相;检测波长为254nm。取供试品溶液与对照品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **含量均匀度** 取本品1粒,将内容物倾入100ml量瓶中,加水适量,充分振摇,使右旋酮洛芬氨丁三醇溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液2ml,置25ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经30分钟时,取溶液20ml,滤过,精密量取续滤液10ml,置25ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在260nm的波长处测定吸光度;另取右旋酮洛芬氨丁三醇对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定,计算每粒的溶出量,将结果乘以0.6773。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 取本品20粒,精密称定,计算平均装量,取内容物,研细,混匀,精密称取适量(约相当于右旋酮洛芬氨丁三醇20mg),置100ml量瓶中,加水适量,充分振摇使右旋酮洛芬氨丁三醇溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液2ml,置25ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在260nm的波长处测定吸光度;另取右旋酮洛芬氨丁三醇对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含15μg的溶液,同法测定,计算,并将结果乘以0.6773,即得。

【类别】 同右旋酮洛芬氨丁三醇。

【规格】 12.5mg(按$C_{16}H_{14}O_3$计)

【贮藏】 遮光,密封保存。

注射用甲硝唑

Zhusheyong Jiaxiaozuo

Metronidazole for Injection

本品为甲硝唑加适量甘露醇制成的无菌冻干品。按平均装量计算,含甲硝唑($C_6H_9N_3O_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于甲硝唑10mg),加氢氧化钠试液2ml,微热,即得紫红色溶液;滴加稀盐酸使成酸性即变成黄色,再滴加过量氢氧化钠试液则变成橙红色。

(2)取本品适量(约相当于甲硝唑0.1g),加硫酸溶液(3→100)4ml,使甲硝唑溶解;加三硝基苯酚试液10ml,放置后即生成黄色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸度** 取本品,加水溶解并制成每1ml中约含甲硝唑5mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为4.5～7.0。

溶液澄清度 取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中约含甲硝唑5mg的溶液,溶液应澄清。

有关物质 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含甲硝唑0.2mg的溶液,作为供试品溶液;另取2-甲基-5-硝基咪唑对照品约20mg,置100ml量瓶中,加甲醇溶解后稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。分别精密量取供试品溶液2ml与对照品溶液1ml,置同一100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,检测波长为315nm,理论板数按甲硝唑峰计算不低于2000,甲硝唑峰与2-甲基-5-硝基咪唑峰的分离度应大于2.0。取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使甲硝唑色谱峰的峰高约为满量程的10%;再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有与2-甲基-5-硝基咪唑保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得

大于对照溶液中甲硝唑峰面积的2.5倍(0.5%);其他杂质峰面积之和不得大于对照溶液中甲硝唑峰面积的2.5倍(0.5%)。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过5.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg甲硝唑中含细菌内毒素的量应小于0.35EU。

无菌 取本品,加入0.9%无菌氯化钠溶液使溶解并稀释成每1ml中约含甲硝唑5mg的溶液,用薄膜过滤法处理后,以生孢梭菌作为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(20∶80)为流动相,检测波长为320nm。理论板数按甲硝唑峰计算不低于2000。

测定法 取本品5瓶,加流动相溶解并完全转移,用流动相定量稀释制成每1ml中约含甲硝唑0.25mg的溶液,摇匀,精密量取10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取甲硝唑对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.25mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同甲硝唑。

【规格】 (1)25mg　(2)50mg　(3)100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

甲磺酸酚妥拉明片

Jiahuangsuan Fentuolaming Pian

Phentolamine Mesylate Tablets

本品含甲磺酸酚妥拉明($C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或加有着色剂的桔红色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明30mg),加水15ml,振摇溶解后,滤过,滤液分成三份,分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液,分别产生棕色沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)取本品细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明50mg)与氢氧化钠0.2g,加水数滴溶解后,小火蒸干,再缓缓加热至熔融,继续加热数分钟,放冷,加水0.5ml与稍过量的稀盐酸,加热,即发生二氧化硫气体的臭气。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在278nm的波长处有最大吸收。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明10mg),置10ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,杂质Ⅰ峰的峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),其他单个杂质峰的峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。供试品溶液中任何小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水1000ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经15分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含甲磺酸酚妥拉明20μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在278nm的波长处测定吸光度;另取甲磺酸酚妥拉明对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml约含20μg的溶液,同法测定,计算出每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液(含0.1%三乙胺,用磷酸调节pH值至3.0)-乙腈(64∶36)为流动相;检测波长为278nm。取甲磺酸酚妥拉明对照品约25mg,置25ml量瓶中,加0.05mol/L氢氧化钠溶液0.5ml,放置24小时,使部分甲磺酸酚妥拉明降解为杂质Ⅰ,加0.05mol/L盐酸溶液0.5ml中和,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为系统适用性溶液,取20μl注入液相色谱仪,酚妥拉明峰与杂质Ⅰ峰(与酚妥拉明峰相邻的主要降解物为杂质Ⅰ)之间的分离度应符合要求。理论板数按酚妥拉明峰计算不低于3000。

测定法 取本品细粉适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明25mg),精密称定,置25ml量瓶中,加水使甲磺酸酚妥拉明溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取甲磺酸酚妥拉明对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,同法测定。按外标法以酚妥拉明峰面积计算,即得。

【类别】 同甲磺酸酚妥拉明。

【规格】 (1)40mg　(2)50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

甲磺酸酚妥拉明胶囊

Jiahuangsuan Fentuolaming Jiaonang

Phentolamine Mesylate Capsules

本品含甲磺酸酚妥拉明($C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品的内容物为类白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明30mg),加水15ml,振摇溶解后,滤过,滤液分成三份,分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液,分别产生棕色沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)取本品内容物适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明50mg)与氢氧化钠0.2g,加水数滴溶解后,小火蒸干,再缓缓加热至熔融,继续加热数分钟,放冷,加水0.5ml与稍过量的稀盐酸,加热,即发生二氧化硫气体的臭气。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在278nm的波长处有最大吸收。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的内容物,精密称取适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明10mg),置10ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,杂质Ⅰ峰的峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),其他单个杂质峰的峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。供试品溶液中任何小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水1000ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经15分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含甲磺酸酚妥拉明20μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在278nm的波长处测定吸光度;另取甲磺酸酚妥拉明对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液,同法测定,计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液(含0.1%三乙胺,用磷酸调节pH值至3.0)-乙腈(64∶36)为流动相;检测波长为278nm。取甲磺酸酚妥拉明对照品约25mg,置25ml量瓶中,加0.05mol/L氢氧化钠溶液0.5ml,放置24小时,使部分甲磺酸酚妥拉明降解为杂质Ⅰ,加0.05mol/L盐酸溶液0.5ml中和,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为系统适用性溶液;取20μl注入液相色谱仪,酚妥拉明峰与杂质Ⅰ峰(与酚妥拉明峰相邻的主要降解物为杂质Ⅰ)之间的分离度应符合要求。理论板数按酚妥拉明峰计算不低于3000。

测定法 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明25mg),置25ml量瓶中,加水使甲磺酸酚妥拉明溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取甲磺酸酚妥拉明对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,同法测定。按外标法以酚妥拉明峰面积计算,即得。

【类别】 同甲磺酸酚妥拉明。

【规格】 40mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

头孢丙烯分散片

Toubaobingxi Fensanpian

Cefprozil Dispersible Tablets

本品含头孢丙烯($C_{18}H_{19}N_3O_5S$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为类白色或淡黄色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量,加0.1mol/L盐酸溶液-丙酮(1∶4)混合溶液制成每1ml中约含头孢丙烯2.5mg的溶液,滤过,续滤液作为供试品溶液;取头孢丙烯对照品适量,加0.1mol/L盐酸溶液-丙酮(1∶4)混合溶液制成每1ml中约含头孢丙烯2.5mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板[经105℃活化1小时后,置5%(ml/ml)正十四烷的正己烷溶液中,展开至薄层板的顶部,晾干]上,以0.1mol/L枸橼酸溶液-0.2mol/L磷酸氢二钠-丙酮(60∶40∶1.5)为展开剂,展开后,于105℃加热5分钟,取出,立即喷以用展开剂制成的0.1%茚三酮溶液,在105℃加热15分钟,检视。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与头孢丙烯对照品溶液中的(*Z*)异构体峰和(*E*)异构体峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量,加水溶解并制成每1ml中约含头孢丙烯15μg的溶液,滤过,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在228nm和280nm的波长处有最大吸收。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **头孢丙烯(*E*)异构体** 取本品,照含量测定项下的方法测定,头孢丙烯(*E*)异构体的含量与头孢丙烯(*Z*)、(*E*)异构体含量和之比不得过0.11。

有关物质 精密称取本品细粉适量(约相当于头孢丙烯75mg),置100ml量瓶中,加溶剂[0.23%磷酸二氢铵溶液-甲醇(94∶6)]溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,续滤液作为供试品溶液,照头孢丙烯项下的方法测定。头孢羟氨苄按外标法以峰面积计算,不得过0.8%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中头孢丙烯(*Z*)异构体和(*E*)异构体峰面积之和的0.8倍(0.8%);其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中头孢丙烯(*Z*)异构体和(*E*)异构体峰面积之和的2.0倍(2.0%)。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过7.0%。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水900ml为溶剂,转速为每分钟100转,依法操作,经45分钟时,取溶液适量,滤过,续滤液作为供试品溶液;另取头孢丙烯对照品适量,加水制成每1ml中约含0.28mg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照含量测定项下的方法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品10片,精密称定,研细,精密称取适量,加水适量,超声使头孢丙烯溶解,用水定量稀释制成每1ml中约含头孢丙烯0.3mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢丙烯项下的方法测定,即得。

【类别】 同头孢丙烯。

【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

头孢丙烯胶囊

Toubaobingxi Jiaonang

Cefprozil Capsules

本品含头孢丙烯($C_{18}H_{19}N_3O_5S$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品的内容物为类白色至淡黄色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量,加0.1mol/L盐酸溶液-丙酮(1∶4)混合溶液制成每1ml中含头孢丙烯2.5mg的溶液,滤过,续滤液作为供试品溶液;取头孢丙烯对照品适量,加0.1mol/L盐酸溶液-丙酮(1∶4)混合溶液制成每1ml中含头孢丙烯2.5mg的溶液作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板[经105℃活化1小时后,置5%(ml/ml)正十四烷的正己烷溶液中,展开至薄层板的顶部,晾干]上,以0.1mol/L枸橼酸溶液-0.2mol/L磷酸氢二钠-丙酮(60∶40∶1.5)为展开剂,展开后,于105℃加热5分钟,取出,立即喷以用展开剂制成的0.1%茚三酮溶液,在105℃加热15分钟,检视。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中两个主峰的保留时间应分别与头孢丙烯对照品溶液中的(*Z*)异构体峰和(*E*)异构体峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量,加水溶解并制成每1ml中约含头孢丙烯15μg的溶液,滤过,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在228nm和280nm的波长处有最大吸收。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **头孢丙烯(*E*)异构体** 取本品,照含量测定项下的方法测定,头孢丙烯(*E*)异构体的含量与头孢丙烯(*Z*)、(*E*)异构体含量和之比不得过0.11。

有关物质 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于头孢丙烯75mg),置100ml量瓶中,加溶剂[0.23%磷酸二氢铵溶液-甲醇(94∶6)]溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,续滤液作为供试品溶液;照头孢丙烯项下的方法测定,头孢羟氨苄按外标法以峰面积计算,不得过0.8%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中头孢丙烯(*Z*)异构体和(*E*)异构体峰面积之和的0.8倍(0.8%);其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中头孢丙烯(*Z*)异构体和(*E*)异构体峰面积之和的2.0倍(2.0%)。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过7.0%。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作。经30分钟时,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取头孢丙烯对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.25mg(0.25g规格)或0.13mg(0.125g规格)的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照含量测定项下的方法测定每粒的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加水适量,超声使头孢丙烯溶解,用水稀释并定量制成每1ml中约含头孢丙烯0.3mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢丙烯项下的方法测定,即得。

【类别】 同头孢丙烯。

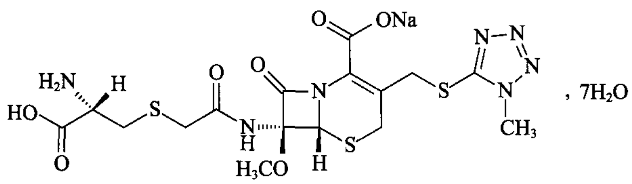
【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

头孢米诺钠

Toubaominuona

Cefminox Sodium



$C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3 \cdot 7H_2O$　667.66

本品为(+)-(6*R*,7*S*)-7-[(*S*)-2(2-氨基-2-羧基乙硫基)乙酰氨基]-7-甲氧基-3-[[(1-甲基-1*H*-四唑-5-基)硫]甲基]-8氧代-5-硫杂-1-氮杂二环[4.2.0]辛-2-烯-2-羧酸钠七水合物。按无水物计算,含头孢米诺($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$)应为91.0%～98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭或微臭。

本品在水中易溶,在甲醇中微溶,在无水乙醇、乙醚、三氯甲烷或丙酮中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含5mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度应为+76°至+89°。

吸收系数 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺20μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在273nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E^{1\%}_{1cm}$)为195～220。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含头孢米诺20μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在273nm的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品图谱一致(附录Ⅳ C)。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度** 取本品,加水制成每1ml中含头孢米诺70mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为4.5～6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份,各0.625g,分别加水5ml溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色5号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

有关物质Ⅰ 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含头孢米诺1.0mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺10μg的溶液,作为对照溶液;精密量取对照溶液1ml,用流动相定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺0.5μg的溶液,作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件,取灵敏度溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,主成分峰高的信噪比应大于5。精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3.5倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(1.5%),供试品溶液色谱图中任何小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

有关物质Ⅱ 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺1.0mg的溶液,作为供试品溶液(临用新制);另取头孢米诺对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液,作为对照溶液;精密量取对照溶液1ml,用流动相定量稀释制成每1ml中约含0.1μg的溶液,作为灵敏度溶液。照分子排阻色谱法(附录Ⅴ H)测定。用球状蛋白色谱用亲水硅胶(分子量使用范围1000～10 000)为填充剂;以磷酸盐缓冲液(pH 7.0)[0.005mol/L磷酸氢二钠溶液-0.005/L磷酸二氢钠溶液(61∶39)]-乙腈(95∶5)为流动相,流速为每分钟0.8ml,检测波长为254nm。取供试品溶液10ml,加0.1mol/L氢氧化钠溶液1ml,室温放置1分钟,再加0.1mol/L盐酸溶液1ml,摇匀,作为系统适用性溶液。取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;头孢米诺峰与其前相邻降解杂质峰的分离度应符合要求。取灵敏度溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,主成分峰高的信噪比应大于5。精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图;供试品溶液色谱图中如有杂质峰,保留时间小于头孢米诺峰的各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的0.6倍(0.3%),供试品溶液色谱图中任何小于灵敏度试验溶液主峰面积的峰忽略不计。

残留溶剂 甲醇、乙醇、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯、二氯乙烷、异丙醇与二氧六环　取本品约1.0g,精密称定,置10ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品贮备液,精密量取1ml置顶空瓶中,精密加水1ml,密封,作为供试品溶液;精密称取各溶剂适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含甲醇0.3mg、乙醇0.5mg、丙酮0.5mg、二氯甲烷0.06mg、乙酸乙酯0.5mg、二氯乙烷0.0005mg、异丙醇0.5mg与二氧六环0.038mg的混合对照品溶液,摇匀,精密量取1ml,置顶空瓶中,再精密加入供试品贮备液1ml,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定,以二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱(膜厚不小于1.0μm)为色谱柱;起始温度为35℃,维持7分钟,以每分钟20℃的速率升温至220℃,维持4分钟;进样口温度为200℃;检测器温度为250℃;顶空平衡温度为70℃,平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样,出峰顺序依次为甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、二氯乙烷和二氧六环,各峰间的分离度均应符合要求。取对照品溶液和供试品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按标准加入法以峰面积计算,均应符合规定。

甲苯、苯甲醚与*N*,*N*-二甲基苯胺　取本品1.0g,精密称定,置20ml量瓶中,加甲醇-水(60∶40)使溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另分别精密称取甲苯约0.089g,苯甲醚约0.5g和*N*,*N*-二甲基苯胺约0.02g,置20ml量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,加甲醇-水(60∶40)稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第三法)测定,以6%氰丙基苯基-94%二甲基硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;起始温度为40℃,维持5分钟,以每分钟30℃的速率升温至200℃,维持3分钟;进样口温度为200℃;检测器温度为250℃。精密量取对照品溶液和供试品溶液各1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算。含甲苯应符合规定;含苯甲醚不得过0.5%;含*N*,*N*-二甲基苯胺不得过0.02%。

水分　取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分应为18.0%～20.0%。

重金属　取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

可见异物　取本品5份,每份各2.0g,加微粒检查用水溶解后,依法检查(附录Ⅸ H),应符合规定。

不溶性微粒　取本品3份,每份2.0g,加微粒检查用水制成每1ml中约含30mg的溶液,依法检查(附录Ⅸ C),每1g样品中含10μm及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒。

细菌内毒素　取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg头孢米诺中含内毒素的量应小于0.050EU。

无菌　取本品,用0.9%无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每1ml含头孢米诺不大于40mg的供试品溶液。采用薄膜过滤法,用pH 7.0氯化钠-蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于500ml)。以大肠埃希菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸溶液(1→100)-甲醇-四氢呋喃(990∶5∶5)为流动相,检测波长为254nm。取本品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含1mg的溶液,置70℃水浴加热10分钟,放冷,取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图,头孢米诺峰与其前主要杂质峰的分离度应不小于5.0。

测定法　取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢米诺0.5mg的溶液,精密量取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取头孢米诺对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中$C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$的含量。

【类别】　β-内酰胺类抗生素,头孢菌素类。

【贮藏】　遮光,密封,在阴凉、干燥处保存。

【制剂】　注射用头孢米诺钠

注射用头孢米诺钠

Zhusheyong Toubaominuona

Cefminox Sodium for Injection

本品为头孢米诺钠的无菌粉末。按无水物计算,含头孢米诺($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$)应为91.0%～98.5%。按平均装量计算,含头孢米诺($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色或类白色结晶性粉末,无臭或微臭。

【鉴别】　照头孢米诺钠项下的鉴别试验,显相同的结果。

【检查】　**溶液的澄清度与颜色**　取本品5瓶,按标示量分别加水溶解并制成每1ml中含0.1g的溶液,立即依法检查,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色5号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

不溶性微粒　取本品,按标示量加微粒检查用水溶解并制成每1ml中约含30mg的溶液,依法检查(附录Ⅸ C),标示量为1.0g以下的折算为每1.0g样品中含10μm及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒;标示量为1.0g以上(包括1.0g)每个供试品容器中含10μm及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒。

酸度、有关物质Ⅰ、有关物质Ⅱ、水分、细菌内毒素与无菌　照头孢米诺钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】　取装量差异项下的内容物,照头孢米诺钠项下的方法测定,即得。

【类别】　同头孢米诺钠。

【规格】　按$C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$计　(1)0.25g　(2)0.5g　(3)1.0g　(4)1.5g　(5)2.0g

【贮藏】　密封,在阴凉、干燥处保存。

头孢克肟分散片

Toubaokewo Fensanpian

Cefixime Dispersible Tablets

本品含头孢克肟($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色至淡黄色片。

【鉴别】　(1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量,加磷酸盐缓冲液(pH 7.0)制成

每1ml中约含头孢克肟10μg的溶液，滤过，取续滤液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在288nm的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的细粉适量（约相当于头孢克肟0.1g），置100ml量瓶中，加磷酸盐缓冲液（pH 7.0）溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，照头孢克肟项下的方法测定，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的6倍（6.0%）。

水分 取本品，研细，照水分测定法（附录Ⅷ M 第一法A）测定，含水分不得过10.0%。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C 第一法），以磷酸盐缓冲液（pH 7.2）[取磷酸二氢钾6.8g，加水适量使溶解，用1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至7.2，用水稀释至1000ml]900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经20分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释成每1ml中约含头孢克肟10μg溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在288nm的波长处测定吸光度；另精密称取头孢克肟对照品适量，加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液（必要时先用少量甲醇溶解，甲醇量不得超过对照品溶液总体积的0.1%），同法测定。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合分散片项下有关的各项规定（附录Ⅰ N）。

【含量测定】 取本品10片，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当与头孢克肟50mg），置250ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，照头孢克肟项下的方法测定，即得。

【类别】 同头孢克肟。

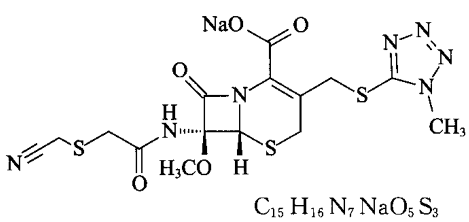
【规格】 （1）50mg （2）100mg

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

头孢美唑钠

Toubaomeizuona

Cefmetazole Sodium



$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$ 493.52

本品为（6*R*,7*S*）-7-[2-[（氰甲基）硫代]乙酰氨基]-7-甲氧基-3-[[（1-甲基-1*H*-四唑-5-基）硫代]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸钠盐。按无水物计算，含头孢美唑（$C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$）不得少于86.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色粉末；极具引湿性。

本品在水中极易溶解，在甲醇中易溶，在丙酮中略溶，在乙醇中微溶，在乙醚或二氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为+73°至+85°。

吸收系数 取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含25μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在272nm的波长处测定吸光度，吸收系数（$E_{1cm}^{1\%}$）为200～230。

【鉴别】 （1）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（2）取本品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中约含25μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在272nm的波长处有最大吸收。

（3）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集1125图）一致。

（4）本品显钠盐鉴别（1）的反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **酸度** 取本品，加水制成每1ml中含头孢美唑0.1g的溶液，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为4.2～6.2。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份，各0.55g，分别加水5ml溶解后，立即依法检查，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，均不得更浓；如显色，与黄色或黄绿色4号标准比色液（附录Ⅸ A第一法）比较，均不得更深。

有关物质 取本品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含头孢美唑1mg的溶液，作为供试品溶液（临用新制）；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；另精密称取5-巯基-1-甲基四氮唑对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.01mg的溶液，作为杂质对照品溶液。精密量取对照溶液2.5ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，量取灵敏度溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，主成分峰高的信噪比应大于5。精密量取供试品溶液、对照溶液和杂质对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如有与5-巯基-1-甲基四氮唑保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过1.0%；其他最大单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍（2.0%），其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍（0.5%），其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3.5倍（3.5%）。

头孢美唑聚合物 照分子排阻色谱法（附录Ⅴ H）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用葡聚糖凝胶G-10（40～120μm）为填充剂，玻璃柱内径1.0～1.4cm、柱长30～40cm。流动相A为pH 8.0的0.1mol/L磷酸盐缓冲液[0.1mol/L磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L磷酸二氢钠溶液（95∶5）]，流动相B为水，流速约为每分钟0.8ml，检测波长为254nm。取

0.1mg/ml 蓝色葡聚糖 2000 溶液 100～200μl，注入液相色谱仪，分别以流动相 A、B 为流动相试验，记录色谱图，理论板数按蓝色葡聚糖 2000 峰计算均不低于 400，拖尾因子均应小于 2.0。在两种流动相系统中蓝色葡聚糖 2000 峰保留时间的比值应在 0.93～1.07 之间，对照溶液主峰和供试品溶液中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 峰的保留时间的比值均应在 0.93～1.07 之间。取头孢美唑钠约 0.2g，置 10ml 量瓶中，加 0.1mg/ml 的蓝色葡聚糖 2000 溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，取 100～200μl 注入液相色谱仪，用流动相 A 进行测定，记录色谱图。高聚体的峰高与单体与高聚体之间的谷高比应大于 2.0。另以流动相 B 为流动相，精密量取对照溶液 100～200μl，连续进样 5 次，峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

对照溶液的制备　取头孢美唑对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢美唑 100μg 的溶液。

测定法　取本品约 0.2g，精密称定，置 10ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，立即精密量取 100～200μl 注入液相色谱仪，以流动相 A 为流动相进行测定，记录色谱图。另精密量取对照溶液 100～200μl 注入液相色谱仪，以流动相 B 为流动相，同法测定。按外标法以峰面积计算，含头孢美唑聚合物以头孢美唑计，不得过 0.1%。

残留溶剂　甲醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯与甲基异丁基酮　取本品约 0.2g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入内标溶液（取正丙醇适量，用水制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液）2ml 溶解，密封，作为供试品溶液。精密称取甲醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲基异丁基酮各适量，用内标溶液定量稀释制成每 1ml 中约含甲醇 0.3mg、丙酮 0.5mg、异丙醇 0.5mg、二氯甲烷 60μg、乙酸乙酯 0.5mg、甲基异丁基酮 0.5mg 的混合对照品溶液，精密量取 2ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P 第二法）测定。以 6%氰丙基苯基-94%聚二甲基硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱，起始温度为 40℃，维持 5 分钟，再以每分钟 20℃的速率升温至 200℃，维持 5 分钟，进样口温度为 200℃，检测器温度为 250℃，顶空瓶平衡温度为 60℃，平衡时间为 30 分钟。取对照品溶液顶空进样，按甲醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、甲基异丁基酮顺序出峰，各峰间的分离度均应符合要求。取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按内标法以峰面积比值计算，均应符合规定。

水分　取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M 第一法 A）测定，含水分不得过 1.0%。

重金属　取本品 1.0g，依法检查（附录Ⅷ H 第二法），含重金属不得过百万分之二十。

可见异物　取本品 5 份，各 2.0g，加微粒检查用水制成每 1ml 中约含 0.1g 的溶液，依法检查（附录Ⅸ H），应符合规定。

不溶性微粒　取本品 3 份，加微粒检查用水溶解并制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液，依法检查（附录Ⅸ C），每 1g 样品中含 10μm 及 10μm 以上的微粒不得过 6000 粒，含 25μm 及 25μm 以上的微粒不得过 600 粒。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每 1mg 头孢美唑中含内毒素的量应小于 0.050EU。

无菌　取本品，加 0.9%无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 含头孢美唑不大于 0.04g 的供试品溶液。采用薄膜过滤法，用 pH 7.0 氯化钠-蛋白胨水溶液分次冲洗（每膜不少于 600ml），以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸二氢铵溶液（取磷酸二氢铵 5.75g，加水 730ml 使溶解，加 10%四丁基氢氧化铵 19.2ml）-四氢呋喃-甲醇（730∶12.5∶300）（用磷酸调节 pH 值至 4.5）作为流动相；柱温为 35℃；流速为每分钟 1.0ml；检测波长为 254nm。取本品约 25mg，置 25ml 量瓶中，加 6%过氧化氢溶液 1ml，放置 5 分钟，加水 20ml，加每 1ml 中含 5-巯基-1-甲基四氮唑杂质对照品 0.5mg 的溶液 1ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为系统适用性溶液，立即取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，5-巯基-1-甲基四氮唑峰与其相邻杂质峰的分离度应符合要求。头孢美唑峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法　取本品适量（约相当于头孢美唑 50mg），精密称定，置 50ml 量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取头孢美唑对照品适量，同法操作，按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$ 的含量。

【类别】　β-内酰胺类抗生素，头孢菌素类。

【贮藏】　密封，在凉暗干燥处保存。

【制剂】　注射用头孢美唑钠

注射用头孢美唑钠

Zhusheyong Toubaomeizuona

Cefmetazole Sodium for Injection

本品为头孢美唑钠的无菌粉末。按无水物计算，含头孢美唑（$C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$）不得少于 86.0%；按平均装量计算，含头孢美唑（$C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$）应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色至微黄色粉末。

【鉴别】　照头孢美唑钠项下的鉴别试验，显相同的结果。

【检查】　**溶液的澄清度与颜色**　取本品 5 瓶，按标示量分别加水溶解并制成每 1ml 含 0.1g 的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，均不得更

浓;如显色,与黄色或黄绿色6号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

不溶性微粒 取本品,按标示量分别加微粒检查用水溶解并制成每1ml中约含50mg的溶液,依法检查(附录Ⅸ C),标示量为1.0g以下的折算为每1.0g样品中含10μm以及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒;标示量为1.0g以上(包括1.0g)每个供试品容器中含10μm及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm以及25μm以上的微粒不得过600粒。

酸度、有关物质、头孢美唑聚合物、水分、细胞内毒素与无菌 照头孢美唑钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,照头孢美唑钠项下的方法测定,即得。

【类别】 同头孢美唑钠。

【规格】 按 $C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g (4)2.0g

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

头孢羟氨苄分散片

Toubaoqiang'anbian Fensanpian

Cefadroxil Dispersible Tablets

本品含头孢羟氨苄($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量,加水适量超声使溶解并稀释制成每1ml中约含头孢羟氨苄12.5mg的溶液,滤过,取续滤液1ml,加三氯化铁试液3滴,即显棕黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 取本品的细粉适量,加流动相A溶解并稀释制成每1ml中约含头孢羟氨苄1mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照头孢羟氨苄项下的方法测定,应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法 A)测定,含水分不得过8.0%。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经20分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液适量,加水定量稀释制成每1ml中约含25μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在263nm的波长处测定吸收度;另取头孢羟氨苄对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含25μg的溶液,同法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品10片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于头孢羟氨苄0.15g),置100ml量瓶中,加有关物质项下的0.02mol/L磷酸二氢钾溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用上述0.02mol/L磷酸二氢钾溶液定量稀释制成每1ml中约含头孢羟氨苄0.3mg的溶液,照头孢羟氨苄项下的方法测定,即得。

【类别】 同头孢羟氨苄。

【规格】 (1)0.125g (2)0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在凉暗处保存。

司他夫定胶囊

Sitafuding Jiaonang

Stavudine Capsules

本品含司他夫定($C_{10}H_{12}N_2O_4$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于司他夫定25mg),加水适量,振摇使司他夫定溶解,稀释至50ml,滤过,取续滤液1ml,用水稀释至50ml,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在266nm的波长处有最大吸收,在235nm的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的内容物适量(约相当于司他夫定10mg),加水10ml,振摇使司他夫定溶解,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取α-司他夫定与司他夫定混合对照品约10mg,加水10ml使溶解,作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用辛烷基硅烷键合硅胶(推荐 Lichrospher 60 RP-select B cartridge column或效能相当)为填充剂;以0.02mol/L醋酸铵溶液(用醋酸调节pH值至5.0)-乙腈(97:3)为流动相;检测波长为268nm。取上述两种溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,司他夫定与α-司他夫定依次出峰,司他夫定与α-司他夫定的分离度应大于1.0。供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液中司他夫定峰的保留时间一致。

【检查】 比旋度 取本品的内容物适量(约相当于司他夫定200mg),加丙酮50ml,剧烈振摇,再置水浴上边加热边搅拌至沸,滤过,滤液中加入正庚烷150ml,放置1小时使司他夫定充分沉淀,滤过,用正庚烷洗涤结晶,取结晶在空气中干燥至少30分钟。精密量取适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含10mg的溶液,于25℃依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为−40°至−45°。

有关物质 精密称取本品内容物适量(约相当于司他夫定10mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,振摇使司他夫定溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精

密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度作为对照溶液;另取胸腺嘧啶对照品,加流动相溶解制成每1ml中约含0.5μg的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的15%;精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20μl注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中,如有与胸腺嘧啶保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照品溶液的主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

含量均匀度　取本品1粒(15mg与25mg规格),将内容物全部转移至200ml量瓶中,加流动相使司他夫定溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度　取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经30分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液,用水定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为供试品溶液;另取司他夫定对照品适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在266nm的波长处测定吸光度,计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

水分　取本品内容物,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过5.0%。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.01mol/L醋酸铵溶液-乙腈(95:5)为流动相;检测波长为266nm。取胸腺嘧啶对照品与胸苷对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中各约含1μg的溶液,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,理论板数按司他夫定峰计算不低于3000,胸腺嘧啶峰与胸苷峰的分离度应大于2.0。

测定法　取本品20粒,精密称定,内容物混合均匀,精密称取适量(约相当于司他夫定10mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,振摇使司他夫定溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取司他夫定对照品适量,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】　抗病毒药。

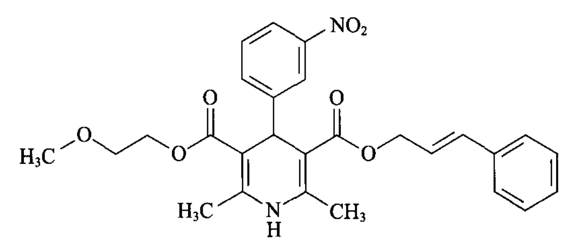
【规格】　(1)15mg　(2)20mg　(3)40mg

【贮藏】　密封保存。

西尼地平

Xinidiping

Cilnidipine



$C_{27}H_{28}N_2O_7$　492.53

本品为(±)-3-(2-甲氧基乙基)-5-[3-苯基-2(*E*)-丙烯基]-2,6-二甲基-4-(3-硝基苯基)-1,4-二氢-3,5-吡啶二甲酸酯。按干燥品计算,含$C_{27}H_{28}N_2O_7$不得少于99.0%。

【性状】　本品为淡黄色粉末。

本品在丙酮或乙酸乙酯中易溶,在甲醇或乙醇中略溶,在水中几乎不溶。

【鉴别】　(1)取本品20mg,加锌粉少许,加稀盐酸1ml,水浴中加热10分钟,放冷,滴加亚硝酸钠试液2滴,再滴加碱性β-萘酚试液数滴,即生成橙红色沉淀。

(2)取本品适量,加无水乙醇溶解并稀释制成每1ml中含50μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在356nm的波长处有最大吸收,在305nm的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】　**有关物质**　避光操作。取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含0.25mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。另取本品适量,置石英杯中,紫外灯(254nm)下光照5～6小时,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含0.25mg的溶液,作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.025mol/L磷酸二氢铵溶液-环己烷(60:39:1)为流动相;检测波长为240nm。取系统适用性溶液10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图,理论板数按西尼地平峰计算不低于8000,西尼地平峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%;再精密量取供试品溶液和对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍,供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

残留溶剂　乙醇、二氯甲烷、环己烷、乙酸乙酯、2-甲氧基乙醇与正丁醇　取正庚烷约625mg,用*N*,*N*-二甲基甲酰

胺稀释至500ml,摇匀,作为内标溶液;取本品适量,精密称定,加内标溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.5g的溶液,作为供试品溶液;另取乙醇、二氯甲烷、环已烷、乙酸乙酯、2-甲氧基乙醇与正丁醇各适量,精密称定,用内标溶液定量稀释制成每1ml中分别含2.5mg、0.3mg、1.94mg、2.5mg、0.025mg与2.5mg的混合溶液,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第三法)测定,以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液,起始温度为45℃,维持10分钟,以每分钟20℃的速率升温至200℃,维持2分钟;检测器温度为240℃;进样口温度为220℃。取对照品溶液1μl注入气相色谱仪,乙醇、二氯甲烷、环已烷、乙酸乙酯、2-甲氧基乙醇与正丁醇各组分峰间和与内标峰间的分离度均应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,按内标法以峰面积计算,应符合规定。

干燥失重 取本品1.0g,在80℃减压干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约0.16g,精密称定,加无水乙醇15ml,于40℃水浴中加热使溶解,加高氯酸溶液(取70%高氯酸溶液8.5ml,加水至100ml)10ml,加邻二氮菲指示液2滴,用硫酸铈滴定液(0.1mol/L)滴定至橙红色消失。每1ml硫酸铈滴定液(0.1mol/L)相当于24.63mg的$C_{27}H_{28}N_2O_7$。

【类别】 钙通道阻滞药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 西尼地平片

西尼地平片

Xinidiping Pian

Cilnidipine Tablets

本品含西尼地平($C_{27}H_{28}N_2O_7$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为淡黄色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于西尼地平5mg),置100ml量瓶中,加无水乙醇使西尼地平溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在356nm的波长处有最大吸收,在305nm的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 避光操作。取含量测定项下的供试品溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%;另精密量取供试品溶液和对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以0.4%十二烷基硫酸钠溶液900ml为溶出介质,转速为每分钟75转,依法操作,经45分钟时,取溶液适量,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取西尼地平对照品约10mg,精密称定,置100ml量瓶中,加无水乙醇2ml使溶解,用0.4%十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取3ml(5mg规格)或5ml(10mg规格),置50ml量瓶中,用0.4%十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在242nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

含量均匀度 取本品1片,置50ml(5mg规格)或100ml(10mg规格)量瓶中,加无水乙醇适量,超声10分钟,振摇10分钟使西尼地平溶解,放冷,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置25ml量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取西尼地平对照品适量,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中含20μg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在356nm的波长处分别测定吸光度,计算含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.025mol/L磷酸二氢铵溶液-环已烷(60∶39∶1)为流动相;检测波长为240nm。取本品细粉置石英杯中,紫外灯(254nm)下光照5～6小时,取适量加甲醇溶解并稀释制成每1ml中含西尼地平约0.1mg的溶液,摇匀,作为系统适用性溶液。取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图,西尼地平峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求,理论板数按西尼地平峰计算不低于7000。

测定法 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于西尼地平10mg),置100ml量瓶中,加甲醇适量,超声使西尼地平溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,精密量取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取西尼地平对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,作为对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同西尼地平。

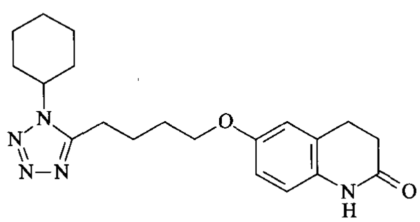
【规格】 (1)5mg (2)10mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

西洛他唑

Xiluotazuo

Cilostazol



$C_{20}H_{27}N_5O_2$ 369.47

本品为6-[4-(1-环己基-5-四唑)丁氧基]-1,2,3,4-四氢-2-氧代喹啉。按干燥品计算，含 $C_{20}H_{27}N_5O_2$ 应为98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭。

本品在冰醋酸或三氯甲烷中易溶，在二甲基甲酰胺中溶解，在甲醇或无水乙醇中微溶，在水、0.1mol/L盐酸溶液或0.1mol/L氢氧化钠溶液中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为157～161℃。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集754图)一致。

【检查】 **有关物质** 取本品适量，加甲醇-水(70：30)使溶解并稀释制成每1ml中约含西洛他唑0.25mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用甲醇-水(70：30)稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的方法，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的10%，再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如显杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

残留溶剂 甲苯、二氯甲烷、丙酮与乙醇 取本品适量，精密称定，加二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每1ml中约含75mg的溶液，作为供试品溶液；另分别取甲苯、二氯甲烷、丙酮与乙醇各适量，精密称定，加二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中分别约含66.8μg、45μg、375μg与375μg的混合溶液，作为对照品溶液。精密量取对照品溶液与供试品溶液各4ml，分别置20ml顶空瓶中，再分别加水6.0ml，摇匀，立即密封，照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)试验。以5%苯基-95%甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的石英毛细管柱为色谱柱；起始温度为35℃，维持7分钟，以每分钟25℃的速率升温至220℃，维持5分钟；进样口温度为130℃；检测器温度为250℃；顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为60分钟。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度均应符合要求；理论板数按乙醇峰计算不低于7000。分别取供试品溶液与对照品溶液顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

氯化物 取本品0.50g，加水50ml，置水浴上加热10分钟，并不时振摇，放冷，滤过，取续滤液25ml，依法检查(附录Ⅷ A)，与标准氯化钠溶液7.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.028%)。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水为流动相A，甲醇为流动相B，按下表进行梯度洗脱；检测波长为257nm。理论板数按西洛他唑峰计算不低于5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	0	70
8	30	70
18	10	90
21	10	90

测定法 取本品约20mg，精密称定，置200ml量瓶中，加甲醇-水(70：30)适量，超声使溶解，并用甲醇-水(70：30)稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取西洛他唑对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗血小板聚集药。

【制剂】 西洛他唑胶囊

【贮藏】 密封保存。

西洛他唑胶囊

Xiluotazuo Jiaonang

Cilostazol Capsules

本品含西洛他唑($C_{20}H_{27}N_5O_2$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在257nm的波长处有最大吸收。

(2)取有关物质项下的供试品溶液作为供试品溶液,另取西洛他唑对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中含西洛他唑0.25mg的溶液,作为对照品溶液。照有关物质项下的色谱条件测定,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于西洛他唑12.5mg),精密称定,置50ml量瓶中,加乙腈19ml,超声10分钟使西洛他唑溶解,加0.07mol/L磷酸溶液(用三乙胺调节pH值至2.5)至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.07mol/L磷酸溶液(用三乙胺调节pH值至2.5)-乙腈(62∶38)为流动相;检测波长为257nm。理论板数按西洛他唑峰计算不低于2000,西洛他唑峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取上述两种溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以0.3%十二烷基硫酸钠溶液500ml为溶出介质,转速为每分钟75转,依法操作,经30分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液3ml,置25ml量瓶中,用0.3%十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取西洛他唑对照品约20mg,精密称定,置100ml量瓶中,加甲醇15ml超声使溶解,用0.3%十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取3ml,置50ml量瓶中,用0.3%十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液;取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在257nm的波长处测定吸光度,计算每粒的溶出度。限度为标示量的70%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,研细,混合均匀,精密称取细粉适量(约相当于西洛他唑10mg),置100ml量瓶中,加甲醇适量,超声10分钟使西洛他唑溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取西洛他唑对照品适量,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在257nm的波长处分别测定吸光度,计算,即得。

【类别】 同西洛他唑。

【规格】 50mg

【贮藏】 密封保存。

曲尼司特片

Qunisite Pian

Tranilast Tablets

本品含曲尼司特($C_{18}H_{17}NO_5$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为淡黄色或淡黄绿色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于曲尼司特50mg),加二甲基甲酰胺5ml,振摇使曲尼司特溶解,加水5ml,混匀,滤过,取滤液2ml,加高锰酸钾试液1ml,振摇,红色即消失,产生棕褐色沉淀。

(2)取本品的细粉适量,加无水乙醇适量使曲尼司特溶解,滤过,取滤液,加无水乙醇稀释制成每1ml含曲尼司特5μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在335nm的波长处有最大吸收。

【检查】 **溶出度** 避光操作。取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml为溶出介质,转速每分钟150转,依法操作,经25分钟时,取溶液5ml滤过,精密量取续滤液1ml,置25ml量瓶中,加无水乙醇0.5ml,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取曲尼司特对照品10mg,置50ml量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取1ml,置50ml量瓶中,溶出介质稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在333nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。限度为标示量的85%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 避光操作。取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于曲尼司特10mg),置100ml棕色量瓶中,加0.01mol/L氢氧化钠溶液约50ml,振摇5分钟,用0.01mol/L氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置100ml棕色量瓶中,用0.01mol/L氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在333nm的波长处测定吸光度;另取曲尼司特对照品,精密称定,加0.01mol/L氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含5μg的溶液,同法测定,计算,即得。

【类别】 同曲尼司特。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

齐 多 夫 定 片

Qiduofuding Pian

Zidovudine Tablets

本品含齐多夫定($C_{10}H_{13}N_5O_4$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片,薄膜衣片除去包衣后显类白色至浅黄色。

【鉴别】 (1)取溶出度项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在265nm的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于齐多夫定100mg),精密称定,置100ml量瓶中,加流动相适量使齐多夫定溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另取胸腺嘧啶对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下色谱条件,取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%;再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录供试品溶液色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如显与对照品溶液色谱图中胸腺嘧啶保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,其含量不得过齐多夫定标示量的1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经30分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用水定量稀释制成每1ml中约含15μg的溶液,作为供试品溶液;另取齐多夫定对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含15μg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在265nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(30∶70)为流动相;检测波长为265nm。精密称取3′-氯-3′-脱氧胸腺嘧啶核苷与齐多夫定对照品各10mg,置同一100ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图。理论板数按齐多夫定峰计算不低于2000,齐多夫定峰与3′-氯-3′-脱氧胸腺嘧啶核苷峰的分离度应大于2.0。

测定法 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于齐多夫定100mg),置100ml量瓶中,加流动相振摇使齐多夫定溶解,并用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另精密称取齐多夫定对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 抗病毒药。

【规格】 (1)0.1g (2)0.3g

【贮藏】 遮光,密封保存。

齐多夫定胶囊

Qiduofuding Jiaonang

Zidovudine Capsules

本品含齐多夫定($C_{10}H_{13}N_5O_4$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为胶囊剂,内容物为白色至棕色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取溶出度项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在265nm的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取装量差异项下的内容物,研细,混匀,精密称取适量(约相当于齐多夫定100mg),置100ml量瓶中,加流动相适量使齐多夫定溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另取胸腺嘧啶对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下色谱条件,取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%;再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录供试品溶液色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如显与对照品溶液色谱图中胸腺嘧啶保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,其含量不得过齐多夫定标示量的1.0%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),

以水 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液，作为供试品溶液；另取齐多夫定对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 15μg 的溶液，作为对照品溶液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在 265nm 的波长处分别测定吸光度，计算每粒的溶出量。限度为标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ E）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（30：70）为流动相；检测波长为 265nm。精密称取 3′-氯-3′-脱氧胸腺嘧啶核苷与齐多夫定对照品各 10mg，置同一 100ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图。理论板数按齐多夫定峰计算不低于 2000，齐多夫定峰与 3′-氯-3′-脱氧胸腺嘧啶核苷峰的分离度应大于 2.0。

测定法 取装量差异项下的内容物，研细，混合均匀，精密称取适量（约相当于齐多夫定 100mg），置 100ml 量瓶中，加流动相振摇使齐多夫定溶解，并用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取齐多夫定对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗病毒药。

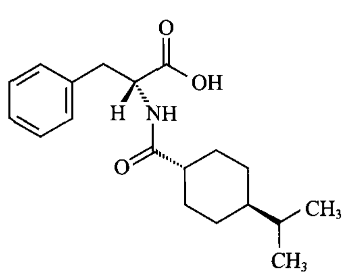
【规格】 (1)0.1g (2)0.25g (3)0.3g

【贮藏】 遮光，密封保存。

那格列奈

Nagelienai

Nateglinide



$C_{19}H_{27}NO_3$ 317.43

本品为(-)-*N*-[(反-4-异丙基环己基)羰基]-D-苯丙氨酸。按干燥品计算，含 $C_{19}H_{27}NO_3$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；味苦。

本品在甲醇、乙醇、丙酮中易溶，在乙腈中略溶，在水中几乎不溶，在 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中溶解，在稀盐酸中几乎不溶。

熔点 本品的熔点（附录Ⅵ C）为 136～141℃，熔距不大于 2℃。

比旋度 取本品，精密称定，加 0.1mol/l 氢氧化钠溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为 −36°至 −40°。

【鉴别】 (1)取本品适量，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在 252nm、258nm 与 264nm 波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

(3)本品的 X-射线粉末衍射图谱（测量范围为 3°～60°）应与对照品的图谱一致，且在 $2\theta = 19.6°$ 与 19.9°的两个强衍射峰应能分离，同时在 $2\theta = 4.9°$ 不得出现 B 型衍射峰（附录Ⅸ F）。

【检查】 **氯化物** 取本品 0.50g，置 50ml 纳氏比色管中，加丙酮 30ml 使溶解，加稀硝酸 10ml，摇匀，依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液 5.0ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

有关物质 取本品适量，精密称定，加流动相使溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 500ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 4.08g，加水 800ml 使溶解，加三乙胺 10ml，用磷酸调节 pH 值至 4.0，加水至 1000ml）-乙腈-甲醇（32：51：17）为流动相，检测波长为 210nm，柱温 30℃，理论板数按那格列奈峰计算不低于 6000。取对照溶液 10μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 10%。精密量取供试品溶液和对照溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍（1.0%）。

L-异构体与顺式异构体 取本品适量，精密称定，加流动相使溶解并稀释成每 1ml 中含 1mg 的溶液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液作为对照溶液；另取那格列奈、L-异构体、顺式异构体适量，用流动相溶解制成每 1ml 中含上述三种化合物分别为 1mg、0.01mg、0.01mg 的溶液作为系统适用性溶液；照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，采用手性色谱柱 KR100-CHI-TBB（250mm×4.6mm），以正己烷-异丙醇-冰醋酸（95：5：0.2）为流动相，检测波长为 258nm，流速为每分钟 0.6ml，理论板数按那格列奈峰计算不低于 8000。精密量取上述三种溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，系统适用性溶液色谱图中那格列奈峰与 L-异构体峰之间的分离度应符合要求；对照溶液色谱图中色谱峰应调整为满量程的 20%；供试

品溶液的色谱图中如显 L-异构体和顺式异构体峰，各峰面积均不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

残留溶剂 照气相色谱法(附录Ⅴ E第二法)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以5%苯基甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱，起始温度为35℃，维持5分钟，再以每分钟10℃升温至200℃，维持5分钟；进样口温度为280℃；检测器为FID，检测器温度为280℃；氮气流速每分钟3ml，分流比为1∶10。取对照品溶液1μl，注入气相色谱仪，甲醇、丙酮、二氯甲烷、三氯甲烷、吡啶各组分峰与内标峰的分离度应符合要求。

内标溶液的制备 取无水乙醇适量，精密称定，用*N*,*N*-二甲基甲酰胺稀释并制成每1ml含无水乙醇0.1mg的溶液。

测定法 精密称取甲醇、丙酮、二氯甲烷、三氯甲烷、吡啶适量，用内标溶液制成每1ml中分别含0.6mg、1.0mg、0.12mg、0.012mg、0.04mg的混合溶液，作为对照品溶液。另精密称取本品适量，用内标溶液制成每1ml中含那格列奈0.2g的溶液，作为供试品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl，分别注入气相色谱仪，记录色谱图，按内标法以峰面积计算。含甲醇不得过0.3%、丙酮不得过0.5%、二氯甲烷不得过0.06%、三氯甲烷不得过0.006%、吡啶不得过0.02%。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法测定(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法测定(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约0.5g，精密称定，加中性乙醇50ml溶解，加酚酞指示液2滴，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于31.74mg的$C_{19}H_{27}NO_3$。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

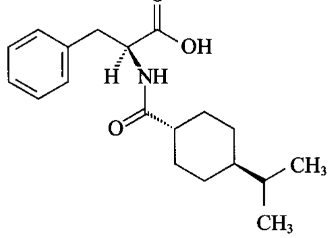
【制剂】 (1)那格列奈片 (2)那格列奈胶囊

附：

L-异构体

化学名：*N*-[(反-4-异丙基环己基)羰基]-L-苯丙氨酸

结构式：



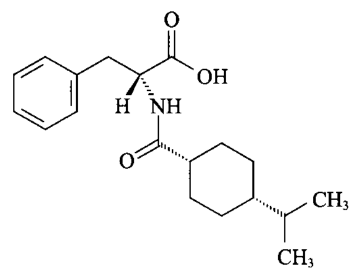
分子式：$C_{19}H_{27}NO_3$

分子量：317.43

顺式异构体

化学名：*N*-[(顺-4-异丙基环己基)羰基]-D-苯丙氨酸

结构式：



分子式：$C_{19}H_{27}NO_3$

分子量：317.43

那格列奈片

Nagelienai Pian

Nateglinide Tablets

本品含那格列奈($C_{19}H_{27}NO_3$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于那格列奈50mg)，置50ml量瓶中，加乙醇适量，振摇使那格列奈溶解，加乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在252nm、258nm、264nm波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置500ml量瓶中，用55%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取供试品溶液和对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至供试品溶液主峰保留时间的4倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍(1.0%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经30分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；照含量测定项下的色谱条件，精密量取供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取那格

列奈对照品适量，加乙腈适量（不超过总体积的5%）使溶解，再用溶出介质定量稀释制成与供试品溶液浓度相当的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算每片的溶出量，限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05%三氟乙酸（60：40）为流动相；检测波长为210nm；柱温30℃。理论板数按那格列奈峰计算不低于4000，那格列奈峰的拖尾因子不得大于1.8。

测定法 取本品10片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于那格列奈70mg），置100ml量瓶中，加55%乙腈溶液适量，振摇30分钟使溶解，用55%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取那格列奈对照品约35mg，精密称定，置50ml量瓶中，加55%乙腈溶液适量，振摇使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 降血糖药。

【规格】 (1)30mg (2)60mg (3)90mg (4)120mg

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

那格列奈胶囊

Nagelienai Jiaonang

Nateglinide Capsules

本品含那格列奈（$C_{19}H_{27}NO_3$）应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品的内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量（约相当于那格列奈50mg），置50ml量瓶中，加乙醇适量，振摇使那格列奈溶解，加乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在252nm、258nm、264nm波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置500ml量瓶中，用55%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至供试品溶液主峰保留时间的4倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍（1.0%）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以磷酸盐缓冲液（pH 6.8）900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经30分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；照含量测定项下的色谱条件，精密量取供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取那格列奈对照品适量，加乙腈适量（不超过总体积的5%）使溶解，再用溶出介质定量稀释制成与供试品溶液浓度相当的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算每粒的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ E）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05%三氟乙酸（60：40）为流动相；检测波长为210nm；柱温30℃。理论板数按那格列奈峰计算不低于4000，那格列奈峰的拖尾因子不得大于1.8。

测定法 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于那格列奈70mg），置100ml量瓶中，加55%乙腈溶液适量，振摇30分钟使溶解，用55%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取那格列奈对照品约35mg，精密称定，置50ml量瓶中，加55%乙腈溶液适量，振摇使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【规格】 30mg

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密封，在干燥处保存。

克拉霉素分散片

Kelameisu Fensanpian

Clarithromycin Dispersible Tablets

本品含克拉霉素（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含克拉霉素1.0mg的溶液，离心5分钟（每分钟3000转），取上清液作为供试品溶液，照克拉霉素项下的方法测定。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得过对照溶液主峰面积的0.7倍（3.5%）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第一法），以醋酸盐缓冲液（pH 5.0）（取0.1mol/L醋酸钠溶液，用冰

醋酸调节 pH 值至 5.0）900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作。经 30 分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含克拉霉素 55μg 的溶液，作为供试品溶液；另取克拉霉素对照品适量，精密称定，加少量乙腈溶解后，用溶出介质稀释制成每 1ml 中约含克拉霉素 55μg 的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定，精密量取供试品溶液与对照品溶液各 50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算每片的溶出量。限度为标示量的 80%，应符合规定。

水分　取本品，研细，加 10% 咪唑无水甲醇溶液适量使溶解，照水分测定法（附录Ⅷ M 第一法 A）测定，含水分不得过 4.0%。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】　取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于克拉霉素 35mg），置 100ml 量瓶中，加流动相适量充分振摇使溶解并稀释至刻度，滤过，取续滤液，照克拉霉素项下的方法测定，即得。

【类别】　同克拉霉素。

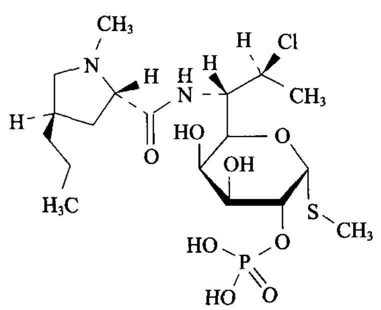
【规格】　（1）50mg　（2）0.1g　（3）0.125g　（4）0.25g　（5）0.5g

【贮藏】　遮光，密封，在阴凉干燥处保存。

克林霉素磷酸酯

Kelinmeisu Linsuanzhi

Clindamycin Phosphate



$C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$　504.97

本品为甲基-7-氯-6，7，8-三脱氧-6-（1-甲基-反-4-丙基-L-2-吡咯烷甲酰氨基）-1-硫代-L-苏式-α-D-半乳辛吡喃糖甲苷-2-二氢磷酸酯。按无水物计算，含克林霉素（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$）不得少于 77.0%。

【性状】　本品为白色或类白色结晶性粉末；有引湿性。

本品在水中易溶；在甲醇中微溶；在乙醇、丙酮中几乎不溶。

比旋度　取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为 +115°至 +130°。

【鉴别】　（1）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（2）本品的红外光吸收图谱应与克林霉素磷酸酯对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

【检查】　**结晶性**　取本品，依法测定（附录Ⅸ D），应符合规定。

酸度　取本品，加水制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，依法测定（附录Ⅵ H），pH 值应为 3.5～4.5。

溶液的澄清度与颜色　取本品 5 份，各 1.0g，分别加水 20ml 溶解后，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 2 号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，均不得更浓（供非注射用）；或与 1 号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，均不得更浓（供注射用）；如显色，与黄色 2 号标准比色液（附录Ⅸ A 第一法）比较，均不得更深。

有关物质　取本品适量，加稀释剂[磷酸缓冲液（pH 3.9）（取磷酸 3.5ml，加水 1000ml 和浓氨溶液 2.5ml，必要时用浓氨溶液调节 pH 值至 3.9±0.05）-90%乙腈甲醇溶液（80：20）]溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3.57mg 的溶液，作为供试品溶液；另取克林霉素磷酸酯对照品适量，加稀释剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 3.57mg 的溶液，作为对照溶液（1）；精密量取对照溶液（1）适量，用稀释剂定量稀释制成每 1ml 中约含 107μg 的溶液，作为对照溶液（2）；另分别精密称取克林霉素对照品和林可霉素对照品各适量，加对照溶液（2）溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含克林霉素磷酸酯 107μg、克林霉素 30μg 与林可霉素 6μg 的混合溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（4.6mm×250mm，5μm）；流动相 A 为磷酸缓冲液（pH 3.9）-90%乙腈甲醇溶液（92：8），流动相 B 为磷酸缓冲液（pH 3.9）-90%乙腈甲醇溶液（52：48）；检测波长为 210nm；柱温为 40℃；流速为每分钟 1.2ml；按下表进行线性梯度洗脱。取对照品溶液 50μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，克林霉素磷酸酯峰的保留时间约为 20 分钟，洗脱顺序为林可霉素、克林霉素磷酸酯及克林霉素，林可霉素峰与克林霉素磷酸酯峰间、克林霉素磷酸酯峰与克林霉素峰间的分离度应分别不小于 30 和 6，调节检测灵敏度，使克林霉素磷酸酯峰的峰高约为满量程的 25%；取对照溶液（1）50μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，杂质 A 峰（相对保留时间约为 0.97）与克林霉素磷酸酯峰间的分离度应不小于 1.0。再精密量取供试品溶液与对照品溶液各 50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有与林可霉素和克林霉素保留时间一致的色谱峰，其含量按外标法以峰面积计算，分别不得过 0.2%与 0.5%；如有克林霉素 B 磷酸酯峰（相对保留时间约为 0.75）和杂质 A 峰，其峰面积均不得过对照品溶液主峰面积的 1/2 倍（1.5%）（供非注射用）或分别不得过对照品溶液主峰面积的 2/5 倍（1.2%）和 1/3 倍（1.0%）（供注射用）；其他单个杂质峰面积不得过对照品溶液主峰面积的 1/6 倍（0.5%），其他杂质峰面积的和不得过对照品溶液

主峰面积的 2/3 倍(2.0%)(供非注射用)或 1/3 倍(1.0%)(供注射用)。供试品溶液色谱图中任何小于对照品溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	95	5
40	5	95
41	95	5
46	95	5

残留溶剂　乙醇、丙酮、三氯甲烷与吡啶　取本品约 1.0g,精密称定,置 10ml 量瓶中,加水 2ml 和 10%氢氧化钠溶液 1ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取 2ml 置顶空瓶中,密封,作为供试品溶液;另取乙醇、丙酮、三氯甲烷和吡啶各适量,精密称定,用 1%氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中各约含乙醇 25mg、丙酮 25mg、三氯甲烷 0.3mg 与吡啶 1mg 的混合溶液,作为对照品贮备溶液;精密量取适量,用 1%氢氧化钠溶液定量稀释制成每 1ml 中各约含乙醇 0.5mg、丙酮 0.5mg、三氯甲烷 6μg 与吡啶 20μg 的混合溶液,精密量取 2ml,置顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P)测定,以 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱,起始温度为 50℃,维持 10 分钟,然后以每分钟 10℃的速率升温至 90℃,再以每分钟 30℃的速率升温至 210℃,维持 2 分钟;进样口温度为 250℃;检测器温度为 300℃;顶空瓶平衡温度为 100℃,平衡时间为 15 分钟。取对照品溶液顶空进样,各峰之间的分离度均应符合要求。取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

水分　取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M 第一法 A)测定,含水分不得过 6.0%。

异常毒性　取本品,用氯化钠注射液制成每 1ml 中约含克林霉素 5mg 的溶液,依法检查(附录Ⅺ C),按静脉注射法给药,应符合规定(供注射用)。

降压物质　取本品,依法检查(附录Ⅺ G),剂量按猫体重每 1kg 注射 5mg(按克林霉素计),应符合规定(供注射用)。

细菌内毒素　取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每 1mg 克林霉素中含内毒素的量应小于 0.10EU(供注射用)。

无菌　取本品,用 0.1%蛋白胨水溶液溶解后,制成浓度约为每 1ml 中含 20mg 的供试液,经薄膜过滤法处理,每膜用 1000ml 的 0.1%蛋白胨水溶液分次冲洗,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定(供注射用)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂(4.6mm×250mm,5μm);以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 13.61g,加水 1000ml 使溶解,用 85%磷酸溶液调节 pH 值至 2.5)-乙腈(80∶20)为流动相;检测波长为 210nm。取有关物质检查项下的对照溶液(1)20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图,杂质 A 峰(相对保留时间约为 0.97)与克林霉素磷酸酯峰之间的分离度应不小于 1.0。另分别称取克林霉素磷酸酯对照品和克林霉素对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.3mg 的混合溶液,取 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图。克林霉素磷酸酯峰的保留时间约为 16 分钟,克林霉素磷酸酯峰与克林霉素峰间的分离度应不小于 6.0。

测定法　精密称取本品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 0.3mg 的溶液,精密量取 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取克林霉素磷酸酯对照品适量,同法测定,按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ 的含量。

【类别】　抗生素类药。

【贮藏】　遮光,密封保存。

【制剂】　(1)克林霉素磷酸酯外用溶液　(2)克林霉素磷酸酯注射液　(3)克林霉素磷酸酯栓

克林霉素磷酸酯外用溶液

Kelinmeisu Linsuanzhi Waiyong Rongye

Clindamycin Phosphate Topical Solution

本品含克林霉素磷酸酯按克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)计算,应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】　本品为无色的澄明液体。

【鉴别】　照克林霉素磷酸酯项下的鉴别(1)试验,显相同的结果。

【检查】　**pH 值**　应为 4.0～7.0(附录Ⅵ H)。

有关物质　精密量取本品适量,用稀释剂[磷酸缓冲液(pH 3.9)(取磷酸 3.5ml,加水 1000ml 和浓氨溶液 2.5ml,必要时用浓氨溶液调节 pH 值至 3.9±0.05)-90%乙腈甲醇溶液(80∶20)]定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 3mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用稀释剂定量稀释制成每 1ml 中约含克林霉素 90μg 的溶液,作为对照溶液。另分别精密称取克林霉素对照品和林可霉素对照品各适量,加对照溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含克林霉素 30μg 与林可霉素 6μg 的混合溶液,作为对照品溶液。照克林霉素磷酸酯项下的方法,精密量取供试品溶液、对照品溶液与对照溶液各 50μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有与林可霉素和克林霉素保留时间一致的色谱峰,其含量按外标法以峰面积计算,分别不得过 0.5%与 2.0%;与克林霉素磷酸酯相对保留时间大于 0.2 的其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2/3 倍(2.0%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(6.0%)。供

试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

微生物限度　取本品10ml,用pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液稀释制成1∶10的供试品溶液。

细菌数　取供试品溶液10ml,加至100ml pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液中,摇匀,薄膜过滤,每膜用500ml上述缓冲液分次冲洗,依法检查(附录Ⅺ J薄膜过滤法),应符合规定。

霉菌和酵母菌数　取供试品溶液,依法检查(附录Ⅺ J平皿法),应符合规定。

控制菌　取规定量供试品溶液,加至100ml pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液中,照细菌数项下的方法处理,依法检查(附录Ⅺ J),应符合规定。

其他　应符合涂剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ T)。

【含量测定】　精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含克林霉素0.3mg的溶液,照克林霉素磷酸酯项下的方法测定,即得。

【类别】　同克林霉素磷酸酯。

【规格】　按$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$计　(1)20ml∶0.2g　(2)30ml∶0.3g

【贮藏】　遮光、密闭,在阴凉处保存。

曾用名:克林霉素磷酸酯溶液

克林霉素磷酸酯注射液

Kelinmeisu Linsuanzhi Zhusheye

Clindamycin Phosphate Injection

本品为克林霉素磷酸酯的灭菌水溶液。含克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】　照克林霉素磷酸酯项下的鉴别(1)试验,显相同的结果。

【检查】　**pH值**　应为5.5～7.0(附录Ⅵ H)。

颜色　取本品5瓶,分别与黄色2号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

有关物质　精密量取本品适量,用稀释剂[磷酸缓冲液(pH 3.9)(取磷酸3.5ml,加水1000ml和浓氨溶液2.5ml,必要时用浓氨溶液调节pH值至3.9±0.05)-90%乙腈甲醇溶液(80∶20)]定量稀释制成每1ml中约含克林霉素3mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用稀释剂定量稀释制成每1ml中约含克林霉素90μg的溶液,作为对照溶液。另分别精密称取克林霉素对照品和林可霉素对照品各适量,加对照溶液溶解并定量稀释制成每1ml中各约含克林霉素30μg与林可霉素6μg的混合溶液,作为对照品溶液。照克林霉素磷酸酯项下的方法,精密量取供试品溶液、对照品溶液和对照溶液各50μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有与林可霉素和克林霉素保留时间一致的色谱峰,其含量按外标法以峰面积计算,分别不得过0.2%与1.5%;其他单个杂质(除苯甲醇峰外)峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(3.0%),其他杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(6.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

苯甲醇　精密量取本品1ml,置200ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密称取苯甲醇约250mg,置50ml量瓶中,加二甲基亚砜2.5ml,轻摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含0.05mg的溶液,作为苯甲醇对照溶液;精密称取克林霉素磷酸酯对照品适量,加苯甲醇对照溶液溶解并定量稀释制成每1ml中分别约含克林霉素磷酸酯0.75mg和苯甲醇0.05mg的混合对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,量取该混合对照溶液20μl注入液相色谱仪,色谱图中克林霉素磷酸酯峰与苯甲醇峰间的分离度应不小于2.0。精密量取供试品溶液和苯甲醇对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有苯甲醇峰,按外标法以峰面积计算,每1ml本品中含苯甲醇不得过9.45mg。

异常毒性、降压物质、细菌内毒素与无菌　照克林霉素磷酸酯项下的方法检查,均应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】　精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含克林霉素0.3mg的溶液,照克林霉素磷酸酯项下的方法测定,即得。

【类别】　同克林霉素磷酸酯。

【规格】　按$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$计算　(1)2ml∶0.15g　(2)2ml∶0.3g　(3)4ml∶0.6g　(4)5ml∶0.6g

【贮藏】　遮光,密闭,在阴凉处保存。

克林霉素磷酸酯栓

Kelinmeisu Linsuanzhi Shuan

Clindamycin Phosphate Suppositories

本品含克林霉素磷酸酯按克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)计算,应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为脂肪性基质制成的白色至微黄色栓。

【鉴别】　(1)取本品适量(约相当于克林霉素0.12g),加0.1mol/l盐酸溶液5ml,置50～60℃水浴中加热使融化,滤过,取续滤液1ml,加钼酸铵10mg,即产生乳白色沉淀;再加浓氨溶液1ml,沉淀溶解。

(2)照克林霉素磷酸酯项下的鉴别(1)试验,显相同的结果。

【检查】 **酸度** 取本品2粒，加水20ml，置40～50℃水浴中加热使融化，冷却，滤过，取续滤液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为3.0～5.0。

有关物质 取本品适量(约相当于克林霉素0.3g)，精密称定，置100ml量瓶中，加稀释剂[磷酸缓冲液(pH 3.9)(取磷酸3.5ml，加水1000ml和浓氨溶液2.5ml，必要时用浓氨溶液调节pH值至3.9±0.05)-90%乙腈甲醇溶液(80：20)]适量，置40～50℃水浴中加热使融化，振摇，冷却，用稀释剂稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用稀释剂定量稀释制成每1ml中约含克林霉素90μg的溶液，作为对照溶液。另分别精密称取克林霉素对照品和林可霉素对照品各适量，加对照溶液溶解并定量稀释制成每1ml中各约含克林霉素30μg与林可霉素6μg的混合溶液，作为对照品溶液。照克林霉素磷酸酯项下的方法，精密量取供试品溶液、对照品溶液与对照溶液各50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有与林可霉素和克林霉素保留时间一致的色谱峰，其含量按外标法以峰面积计算，分别不得过0.5%与1.0%；其他单个杂质(除相对保留时间小于0.2的峰外)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2/3倍(2.0%)，其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(6.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

微生物限度 取本品10g，加至含20ml无菌十四烷酸异丙酯和无菌玻璃珠的容器中，保温振摇，使供试品溶解。再加45℃的pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液至100ml，振摇5～10分钟，萃取，静置分层，取其水层作为1：10的供试品溶液。

细菌数 取供试品溶液10ml加至100ml pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液中，摇匀，薄膜过滤，每膜用800ml上述缓冲液分次冲洗，依法检查(附录Ⅺ J薄膜过滤法)，应符合规定。

霉菌和酵母菌数 取供试品溶液，依法检查(附录Ⅺ J平皿法)，应符合规定。

控制菌 白色念珠菌 取规定量供试品溶液，依法检查(附录Ⅺ J)，应符合规定。

金黄色葡萄球菌和铜绿假单胞菌 取规定量供试液加至100ml pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液中，摇匀，薄膜过滤，每膜用500ml上述缓冲液分次冲洗，依法检查(附录Ⅺ J)，应符合规定。

其他 应符合栓剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 取本品适量(约相当于克林霉素30mg)，精密称定，置100ml量瓶中，加流动相适量，置40～50℃水浴中加热使融化，振摇，冷却，加流动相至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，照克林霉素磷酸酯项下的方法测定，即得。

【类别】 同克林霉素磷酸酯。

【规格】 0.1g(按$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$计)

【贮藏】 遮光，密闭，在阴凉处保存。

克霉唑阴道片

Kemeizuo Yindao Pian

Clotrimazole Vaginal Tablets

本品含克霉唑($C_{22}H_{17}ClN_2$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于克霉唑20mg)，加二氯甲烷4ml，振摇，使克霉唑溶解，离心，取上清液作为供试品溶液；另取克霉唑对照品，加二氯甲烷溶解并稀释制成每1ml中约含5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取供试品溶液与对照品溶液各10μl，点于同一硅胶G薄层板上，以异丙醚为展开剂，并在展开缸中放入装有浓氨溶液的小烧杯进行饱和，展开，取出，晾干，在碘蒸气中显色，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **酸度** 取本品细粉适量(约相当于克霉唑1.0g)，加水20ml，充分振摇后，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为3.0～4.5。

二苯基-(2-氯苯基)甲醇 取含量测定项下的细粉适量(约相当于克霉唑10mg)，精密称定，置50ml量瓶中，加70%甲醇溶解并定量稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另精密称取二苯基-(2-氯苯基)甲醇对照品适量，加70%甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含2μg的溶液，摇匀，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取对照品溶液与供试品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的1.5倍，供试品溶液的色谱图中如有与二苯基-(2-氯苯基)甲醇保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过标示量的1.0%。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(70：30)(用10%磷酸调节pH值至5.7～5.8)为流动相；检测波长为215nm。取克霉唑、二苯基-(2-氯苯基)甲醇对照品适量，加70%甲醇溶解并稀释制成每1ml中分别含0.04mg和0.03mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，理论板数按克霉唑峰计算不低于4000，克霉唑峰与二苯基-(2-氯苯基)甲醇峰的分离度应大于2.0。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于克霉唑80mg)，置100ml量瓶中，加70%甲醇60ml

溶解，并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置100ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤膜滤过，精密量取续滤液10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取克霉唑对照品适量，精密称定，加70%甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.04mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同克霉唑。

【规格】 (1)0.1g　(2)0.15g　(3)0.25g　(4)0.5g

【贮藏】 避光，密封，在干燥处保存。

克霉唑喷雾剂

Kemeizuo Penwuji

Clotrimazole Spray

本品为非定量外用喷雾剂。含克霉唑($C_{22}H_{17}ClN_2$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色或微黄色的澄清液体。

【鉴别】 (1)取本品适量，置水浴上蒸干，残渣加三氯甲烷溶解并稀释制成每1ml中含克霉唑2mg的溶液；另取克霉唑对照品适量，加三氯甲烷溶解并稀释制成每1ml中含2mg的溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以异丙醚为展开剂，并在展开缸中放入装有浓氨溶液的小烧杯进行饱和，展开，取出，晾干，在碘蒸气中显色。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **二苯基-(2-氯苯基)甲醇** 精密量取本品2ml，置100ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取二苯基-(2-氯苯基)甲醇对照品，精密称定，用70%甲醇溶解并稀释制成每1ml中含3μg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取对照品溶液与供试品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有与二苯基-(2-氯苯基)甲醇保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过标示量的1.0%。

装量 取本品，依法检查(附录Ⅹ F)，应符合规定。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(70∶30)(用10%磷酸调节pH值至5.7～5.8)为流动相；检测波长为215nm。取克霉唑、二苯基-(2-氯苯基)甲醇对照品适量，加70%甲醇溶解并稀释制成每1ml中分别含0.04mg和0.03mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，理论板数按克霉唑峰计算不低于4000，克霉唑峰与二苯基-(2-氯苯基)甲醇峰的分离度应大于2.0。

测定法 精密量取本品2ml，置100ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，精密量取10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取克霉唑对照品适量，精密称定，加70%甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含0.03mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同克霉唑。

【规格】 1.5%

【贮藏】 密闭，在阴凉处保存。

克霉唑倍他米松洗剂

Kemeizuo Beitamisong Xiji

Clotrimazole and Betamethasone Dipropionate Lotion

本品含克霉唑($C_{22}H_{17}ClN_2$)与二丙酸倍他米松以倍他米松($C_{22}H_{29}FO_5$)计算，均应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

克霉唑	10g
二丙酸倍他米松	0.643g(相当于倍他米松0.5g)
基质	适量
制成	1000g

【性状】 本品为白色混悬型乳剂。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液两主峰的保留时间应与对照品溶液中相应两主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH值** 取本品，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为4.5～5.5。

黏度 取本品，用NDJ-7型旋转式黏度计，依法测定(附录Ⅵ G第二法，测定转子为Ⅱ，转速为每分钟750转)，在25℃时的动力黏度应为10～50mPa·s。

粒度 取本品，依法检查(附录Ⅸ E第一法)，不得检出大于180μm的粒子。

二苯基-(2-氯苯基)甲醇 取二苯基-(2-氯苯基)甲醇对照品适量，精密称定，用70%甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含4μg的溶液，作为对照品溶液。除检测波长为215nm外，照含量测定项下的色谱条件，精密量取对照品溶液与含量测定项下的供试品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，供试品溶液色谱图中如有与二苯基-(2-氯苯基)甲醇保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过克霉唑标示量的2.0%。

其他 应符合洗剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ S)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液（70：30）（用10%磷酸调节 pH 值至5.7～5.8）为流动相；检测波长为240nm。分别取克霉唑、二苯基-(2-氯苯基)甲醇与二丙酸倍他米松对照品适量，加70%甲醇溶解制成每1ml中分别含0.04mg、0.03mg与0.01mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，理论板数按克霉唑峰计算不低于4000，二丙酸倍他米松峰与克霉唑峰的分离度应大于1.5，克霉唑峰与二苯基-(2-氯苯基)甲醇峰的分离度应大于2.0。

测定法 取本品适量（约相当于克霉唑10mg），精密称定，置25ml量瓶中，加甲醇适量，置50℃水浴中加热，时时振摇使溶解，然后取出强烈振摇5分钟，放冷，用甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，加水1.5ml，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤膜滤过，精密量取续滤液50μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取克霉唑对照品与二丙酸倍他米松对照品各适量，加70%甲醇溶解并定量制成每1ml中约含克霉唑0.2mg与二丙酸倍他米松10μg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗真菌药。

【规格】 5g：克霉唑50mg与二丙酸倍他米松3.215mg（以倍他米松计2.5mg）

【贮藏】 密封，在凉暗处保存。

吲达帕胺胶囊

Yindapa'an Jiaonang

Indapamide Capsules

本品含吲达帕胺（$C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$）应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒和粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量（约相当于吲达帕胺100mg），加丙酮40ml研磨，滤过，滤液置水浴上蒸干，取残渣适量，加水3ml，振摇，加过氧化氢试液0.5ml，振摇，缓缓加热至近沸，放冷，滤过，滤液加三氯化铁试液3滴，摇匀，加氢氧化钠试液1～2滴，即产生棕红色沉淀。

(2)取鉴别(1)项下残渣适量，加氢氧化钠溶液（0.4→100）约1～2ml，制成饱和溶液，滤过，滤液加硫酸铜试液1滴，即产生土黄色或棕色沉淀。

(3)取有关物质项下的供试品溶液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取吲达帕胺对照品适量，加流动相适量，置热水浴中振摇溶解后，用流动相稀释制成每1ml中约含50μg的溶液作为对照品溶液，照有关物质项下的色谱条件，取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 精密称取含量测定项下的细粉适量，加流动相适量，置热水浴中振摇使吲达帕胺溶解，用流动相定量稀释制成每1ml中约含吲达帕胺0.5mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每1ml中约含吲哒帕胺5μg的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-冰醋酸（45：55：0.1）为流动相；检测波长为240nm。取吲达帕胺对照品约20mg，精密称定，置100ml量瓶中，加甲醇5ml使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，取溶液5ml，加1mol/L氢氧化钠溶液2ml，摇匀，置水浴中加热1小时，放冷后用1mol/L盐酸溶液调节至中性，用流动相稀释至50ml，摇匀，取20μl注入液相色谱仪，使吲达帕胺峰的保留时间约为12分钟，吲达帕胺峰与相对保留时间约为1.26的降解产物峰的分离度应大于6.0。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%，再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积（1.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品1粒，倾出内容物置乳钵中，研磨，用乙醇分次转移至100ml量瓶中，囊壳用少量乙醇冲洗，洗液并入量瓶中，振摇，使吲达帕胺溶解，用乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置25ml量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀，照含量测定项下的方法测定含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第一法），以磷酸盐缓冲液（pH 6.8）900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液，按含量测定项下的方法测定吸光度；另精密称取吲达帕胺对照品约10mg，置200ml量瓶中，加乙醇10ml使溶解，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置100ml量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，同法测定，计算出每粒的溶出量。限度为标示量的70%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ E）。

【含量测定】 取本品20粒的内容物，精密称定，计算平均装量，取内容物研细，混匀，精密称取适量（约相当于吲达帕胺5.0mg），置100ml量瓶中，加乙醇适量，充分振摇使吲达帕胺溶解，用乙醇稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在242nm的波长处测定吸光度；另精密称取吲达帕胺对照品适量，加乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含5.0μg的溶液，同法测定，计算，即得。

【类别】 同吲达帕胺。

【规格】 2.5mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

吲达帕胺滴丸

Yindapa'an Diwan

Indapamide Pills

本品含吲达帕胺($C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为淡黄色滴丸。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于吲达帕胺100mg),加丙酮 40ml,研磨,滤过,滤液置水浴上蒸干,取残渣适量,加水 3ml,振摇,加过氧化氢试液 0.5ml,振摇,缓缓加热至近沸,放冷,滤过,滤液加三氯化铁试液 3 滴,摇匀,加氢氧化钠试液 1～2 滴,即产生棕红色沉淀。

(2)取鉴别(1)项下残渣适量,加氢氧化钠溶液(0.4→100)约 1～2ml,制成饱和溶液,滤过,滤液加硫酸铜试液 1 滴,即产生土黄色或棕色沉淀。

(3)取含量测定项下的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 242nm 的波长处有最大吸收,在 225nm 的波长处有最小吸收。

(4)取有关物质项下的供试品溶液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取吲达帕胺对照品适量,加流动相适量,置热水浴中振摇溶解后,用流动相制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液作为对照品溶液,照有关物质项下的色谱条件,取供试品溶液与对照品溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 精密称取本品细粉适量(约相当于吲达帕胺 12.5mg),加流动相适量,超声处理 5 分钟使吲达帕胺溶解,放冷,用流动相稀释制成每 1ml 中约含吲达帕胺 0.5mg 的溶液,滤过(0.45μm),取续滤液作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相稀释制成每 1ml 中含吲达帕胺 5μg 的溶液,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-冰醋酸(45∶55∶0.1)为流动相;检测波长为 240nm。取吲达帕胺对照品约 20mg,精密称定,置 100ml 量瓶中,加甲醇 5ml 使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,取 5ml,加 1mol/L 氢氧化钠溶液 2ml,摇匀,置水浴中加热 1 小时,放冷后用 1mol/L 盐酸溶液调节至中性,用流动相稀释至 50ml,摇匀,取 20μl 注入液相色谱仪,使吲达帕胺峰的保留时间约为 12 分钟,吲达帕胺峰与相对保留时间约为 1.26 的降解产物峰的分离度应大于 6.0。取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%,再精密量取供试品溶液和对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 丸,置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,超声处理使吲达帕胺溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 25ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

其他 应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ H)。

【含量测定】 取本品 20 丸,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于吲达帕胺 5mg),置 100ml 量瓶中,加乙醇适量,超声处理使吲达帕胺溶解,放冷,用乙醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用乙醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在 242nm 的波长处测定吸光度;另精密称取吲达帕胺对照品适量,加乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5.0μg 的溶液,同法测定,计算,即得。

【类别】 同吲达帕胺。

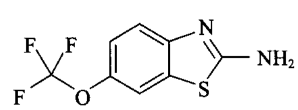
【规格】 2.5mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

利　鲁　唑

Liluzuo

Riluzole



$C_8H_5F_3N_2OS$　234.20

本品为 2-氨基-6-三氟甲氧基苯并噻唑。按无水物计算,含 $C_8H_5F_3N_2OS$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶或结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇、乙醇或三氯甲烷中易溶,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为 117～119.5℃。

【鉴别】 (1)取本品适量,加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 254nm、280nm 与 287nm 的波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 **乙醇溶液的澄清度与颜色** 取本品适量,加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,溶液应澄清无色;如显色,与黄色 2 号标准比色液(附录Ⅸ A 第一法)比较,不得更深。

有关物质 取本品,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。

照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以甲醇-水(70∶30)为流动相,检测波长为221nm,理论板数按利鲁唑峰计算不低于2000。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍,供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,不得过0.5%。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约0.19g,精密称定,加冰醋酸25ml与醋酐5ml使溶解,加结晶紫指示液1滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)迅速滴定至溶液呈蓝绿色,并将滴定结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于23.42mg的$C_8H_5F_3N_2OS$。

【类别】 神经系统用药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 利鲁唑片

利鲁唑片

Liluzuo Pian

Riluzole Tablets

本品含利鲁唑($C_8H_5F_3N_2OS$)应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片,除去包衣后显类白色。

【鉴别】 (1)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在254nm、280nm与287nm的波长处有最大吸收。

(2)取有关物质项下的供试品溶液,用流动相稀释制成每1ml中约含利鲁唑10μg的溶液;另取利鲁唑对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含10μg的溶液。照有关物质项下的色谱条件测定,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品显有机氟化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含利鲁唑0.5mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以甲醇-水(70∶30)为流动相,检测波长为221nm,理论板数按利鲁唑峰计算不低于2000。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍,供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经30分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液5ml,置25ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在254nm的波长处测定吸光度;另取利鲁唑对照品适量,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品20片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于利鲁唑50mg),置250ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液溶解(必要时可超声)并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置100ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在254nm的波长处测定吸光度;另取利鲁唑对照品,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定,计算,即得。

【类别】 同利鲁唑。

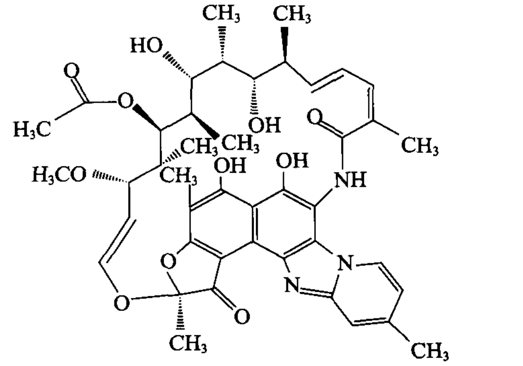
【规格】 50mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

利福昔明

Lifuximing

Rifaximin



$C_{43}H_{51}N_3O_{11}$ 785.89

本品为(2*S*,16*Z*,18*E*,20*S*,21*S*,22*R*,23*R*,24*R*,25*S*,26*R*,27*S*,28*E*)-5,6,21,23,25-五羟基-27-甲氧基-2,4,11,16,20,22,24,26-八甲基-2,7-(环氧基十五烷基-[1,11,13]三烯亚胺)苯并呋喃[4,5-e]吡啶并[1,2-a]-苯并咪唑-1,15(2*H*)-二酮,25-乙酸基。按干燥品计算,含利福昔明($C_{43}H_{51}N_3O_{11}$)不得少于95.0%。

【性状】 本品为橙红色至暗红色的结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇、乙腈或三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解,在0.1mol/L盐酸溶液或水中几乎不溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与利福昔明对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与利福昔明对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 **结晶性** 取本品少许,依法检查(附录Ⅸ D第一法),应符合规定。

酸碱度 取本品,加水制成每1ml中约含10mg的混悬液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为4.5~7.5。

有关物质 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.4mg的溶液,作为供试品溶液(临用前配制);精密称取利福昔明对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含4μg的溶液,作为对照溶液。精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含0.2μg的溶液,作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件,取灵敏度溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,主成分峰高的信噪比应大于5。精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至利福昔明杂质B峰(约为利福昔明峰保留时间的4倍)被完全洗脱。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(3.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

残留溶剂 乙醇、二氯甲烷、正己烷、正丁醇、甲苯与乙酸丁酯 精密称取本品约0.1g,置10ml顶空瓶中,精密加入内标溶液[精密称取丁酮适量,用*N*,*N*-二甲基甲酰胺(DMF)稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,摇匀。]1ml,振摇使溶解,密封,作为供试品溶液;另精密称取乙醇、二氯甲烷、正己烷、正丁醇、甲苯、乙酸丁酯各适量,用内标溶液定量稀释制成每1ml中含乙醇、二氯甲烷、正己烷、正丁醇、甲苯、乙酸丁酯分别约为0.5mg、0.06mg、0.029mg、0.5mg、0.089mg和0.5mg的溶液,精密量取1ml置10ml顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照气相色谱法(附录Ⅴ E)测定。以100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度40℃,维持4分钟,以每分钟10℃速率升温至100℃,维持2分钟。进样口温度200℃,检测器温度250℃;分流比为10:1;顶空瓶平衡温度为80℃,平衡时间20分钟,取对照品溶液顶空进样,记录色谱图,各成分出峰顺序依次为乙醇、二氯甲烷、丁酮(内标)、正己烷、正丁醇、甲苯、二甲基甲酰胺(溶剂)和乙酸丁酯,各成分峰间的分离度均应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按内标法以峰面积比值分别计算供试品中乙醇、二氯甲烷、正己烷、正丁醇、甲苯和乙酸丁酯的含量,均应符合规定。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过4.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-缓冲液[0.075mol/L磷酸二氢钾溶液-0.5mol/L枸橼酸溶液(55:10)](513:95:392)为流动相,检测波长为240nm。取利福昔明对照品、利福昔明杂质A对照品与利福昔明杂质B对照品各适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中含利福昔明约40μg、利福昔明杂质A约40μg和利福昔明杂质B约100μg的混合溶液(临用前配制),取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,按利福昔明杂质A、利福昔明、利福昔明杂质B的顺序出峰,利福昔明峰与利福昔明杂质A峰的分离度应不小于5.0。

测定法 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含40μg的溶液(临用前配制),精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图至利福昔明杂质B峰完全被洗脱;另取利福昔明对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 抗生素类药。

【贮藏】 密封,在干燥阴凉处保存。

【制剂】 (1)利福昔明干混悬剂 (2)利福昔明片 (3)利福昔明胶囊

利福昔明干混悬剂

Lifuximing Ganhunxuanji

Rifaximin for Suspension

本品含利福昔明($C_{43}H_{51}N_3O_{11}$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为橙红色或暗红色颗粒和粉末。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含利福昔明10mg的溶液,摇匀,滤过,作为供试品溶液;另取利福昔明对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以二氯甲烷-甲醇(95:5)为展开剂,展开,

取出，晾干，在105℃干燥30分钟，置紫外灯(254nm)下检视。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与利福昔明对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **酸碱度**　取本品，加水制成每1ml中约含利福昔明2mg的混悬液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为5.5～7.5。

有关物质　称取本品细粉适量(约相当于利福昔明40mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，充分振摇，使利福昔明溶解，并用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液(临用前配制)；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。精密量取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含0.2μg的溶液，作为灵敏度溶液。照利福昔明项下的方法测定，应符合规定。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.5%十二烷基硫酸钠溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经45分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用上述溶出介质定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在448nm的波长处测定吸光度，另取利福昔明对照品适量，精密称定，加上述溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液，同法测定，计算每袋的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

干燥失重　取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在60℃减压干燥3小时，减失重量不得过2.0%(附录Ⅷ L)。

其他　应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ O)测定。

【含量测定】　取装量差异项下的内容物，混合均匀，研细，精密称取适量(约相当于利福昔明40mg)，置100ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液(临用前配制)，照利福昔明项下的方法测定，即得。

【类别】　同利福昔明。

【规格】　(1)0.1g　(2)0.2g

【贮藏】　密封，在阴凉干燥处保存。

利福昔明片

Lifuximing Pian

Rifaximin Tablets

本品含利福昔明($C_{43}H_{51}N_3O_{11}$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为薄膜衣片，除去包衣后显橙红色至暗红色。

【鉴别】　(1)取本品的细粉适量，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含利福昔明10mg的溶液，摇匀，滤过，作为供试品溶液。另取利福昔明对照品适量，加甲醇制成每1ml中约含10mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以二氯甲烷-甲醇(95∶5)为展开剂，展开，取出，晾干后，在105℃干燥30分钟，置紫外灯(254nm)下检视。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与利福昔明对照品溶液主峰的保留时间一致。

上述(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **有关物质**　称取含量测定项下细粉适量(约相当于利福昔明40mg)，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含利福昔明0.4mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液(临用前配制)；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。精密量取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含0.2μg的溶液，作为灵敏度溶液。照利福昔明项下的方法测定，应符合规定。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.5%十二烷基硫酸钠溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经45分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用上述溶出介质定量稀释制成每1ml中约含利福昔明20μg的溶液。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在448nm的波长处测定吸光度，另取利福昔明对照品适量，精密称定，加上述溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含利福昔明20μg的溶液，同法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

干燥失重　取本品细粉适量，以五氧化二磷为干燥剂，在60℃减压干燥3小时，减失重量不得过8.0%(附录Ⅷ L)。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　取本品10片，精密称定，研细，精密称取适量(相当于利福昔明50mg)，置50ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液2ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液(临用前配制)，照利福昔明项下的方法测定，即得。

【类别】　同利福昔明。

【规格】　(1)0.1g　(2)0.2g。

【贮藏】　遮光，密封保存。

利福昔明胶囊

Lifuximing Jiaonang

Rifaximin Capsules

本品含利福昔明($C_{43}H_{51}N_3O_{11}$)应为标示量的90.0%～

110.0%。

【性状】 本品内容物为橙红色至暗红色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量，加甲醇制成每1ml中约含利福昔明10mg的溶液，摇匀，滤过，作为供试品溶液。另取利福昔明对照品适量，加甲醇制成每1ml中约含10mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以二氯甲烷-甲醇(95∶5)为展开剂，展开，取出，晾干后，在105℃干燥30分钟，置紫外灯(254nm)下检视。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与利福昔明对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **有关物质** 取装量差异项下的内容物适量(约相当于利福昔明40mg)，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含利福昔明0.4mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液(临用前配制)；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。精密量取对照溶液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含利福昔明0.2μg的溶液，作为灵敏度溶液。照利福昔明项下的方法测定，应符合规定。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.5%十二烷基硫酸钠溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经45分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用上述溶出介质定量稀释制成每1ml中约含利福昔明20μg的溶液。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在448nm的波长处测定吸光度，另取利福昔明对照品适量，精密称定，加上述溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含利福昔明20μg的溶液，同法测定，计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在60℃减压干燥3小时，减失重量不得过7.0%(附录Ⅷ L)。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)测定。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量(约相当于利福昔明50mg)，置50ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液2ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液(临用前配制)，照利福昔明项下的方法测定，即得。

【类别】 同利福昔明。

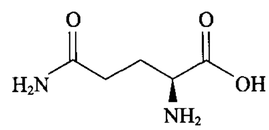
【规格】 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 密封，在阴凉干燥处保存。

谷氨酰胺

Gu'anxian'an

Glutamine



$C_5H_{10}N_2O_3$ 146.15

本品为L-2-氨基戊酰胺酸。按干燥品计算，含$C_5H_{10}N_2O_3$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末；无臭，味微甜。

本品在水中溶解，在乙醇或乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水置40℃水浴中溶解，放冷，稀释成每1ml中含40mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ E)，比旋度为+6.3°至+7.3°。

【鉴别】 (1)取本品的水溶液(1→50)5ml，加稀盐酸5滴和亚硝酸钠试液1ml，应发泡。

(2)取本品的水溶液(1→1000)5ml，加茚三酮试液1ml，加热3分钟，溶液显紫色。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集895图)一致。

(4)取本品与谷氨酰胺对照品各适量，分别加水制成每1ml中含10mg的溶液，作为供试品溶液和对照品溶液。照其他氨基酸项下的色谱条件，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

【检查】 **酸度** 取本品，加水制成每1ml中含20mg的溶液，依法测定(附录Ⅳ H)，pH值应为4.8～5.8。

溶液的透光率 取本品，加水制成每1ml中含25mg的溶液，依法测定(附录Ⅳ A)，在430nm的波长处测定透光率，不得低于98.0%。

氯化物 取本品0.30g，依法检查(附录Ⅷ A)，与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.020%)。

硫酸盐 取本品0.70g，依法检查(附录Ⅷ B)，与标准硫酸钾溶液1.4ml制成的对照液比较，不得更浓(0.020%)。

铵盐 取本品0.10g，在60℃以下减压蒸馏，依法检查(附录Ⅷ K)，与标准氯化铵溶液10.0ml制成的对照液比较，不得更深(0.10%)。

其他氨基酸 取本品，加水制成每1ml中含10mg的溶液，作为供试品溶液；取谷氨酰胺对照品适量，加水制成每1ml中含0.05mg的溶液，作为对照品溶液。取谷氨酰胺和谷氨酸对照品适量，加水制成每1ml中含谷氨酰胺0.05mg和谷氨酸0.05mg的溶液，作为系统适用性溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述溶液各5μl分别点于同一硅胶G薄层板上，以正丁醇-水-冰醋酸(3∶1∶1)为展开剂，展开，

取出，晾干，喷以茚三酮溶液[取茚三酮 0.2g，加正丁醇-12%冰醋酸溶液(95：5)的混合液 100ml 溶解]，80℃烘干 10 分钟。对照品溶液应显一个清晰的斑点，系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。供试品溶液如显杂质斑点，与对照品溶液的主斑点比较，不得更深(0.5%)。

有关物质 取本品适量，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含谷氨酰胺 2.5mg 的溶液，作为供试品溶液；取谷氨酰胺、谷氨酸和焦谷氨酸对照品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含谷氨酰胺 25μg、谷氨酸 12.5μg 和焦谷氨酸 12.5μg 的混合溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以辛烷磺酸钠溶液(取辛烷磺酸钠 0.865g，加水 1000ml 溶解，加磷酸 0.5ml，混匀)-乙腈(95：5)为流动相；检测波长为 210nm。取对照品溶液 10μl 注入液相色谱仪，各杂质峰分离度应符合要求。精密量取供试品溶液和对照品溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至谷氨酰胺峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中，如有与焦谷氨酸和谷氨酸保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含焦谷氨酸不得过 0.5%，含谷氨酸不得过 0.5%，其他单个杂质峰面积不得大于对照品溶液中谷氨酰胺峰面积的 0.5 倍(0.5%)，其他杂质峰面积的和不得大于对照品溶液中谷氨酰胺峰面积(1.0%)。供试品溶液色谱图中小于对照品溶液谷氨酰胺峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品，在 105℃干燥 3 小时，减失重量不得过 0.30%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过 0.10%。

铁盐 取本品 1.0g，依法检查(附录Ⅷ G)，与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较，不得更深(0.001%)。

重金属 取本品 1.0g，加水 23ml 溶解后，加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml，依法检查(附录Ⅷ H 第一法)，含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品 2.0g，加水 23ml 溶解后，加盐酸 5ml，依法检查(附录Ⅷ J 第一法)，应符合规定(0.0001%)。

热原 取本品，加氯化钠注射液制成每 1ml 中含 10mg 的溶液，用氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7，依法检查(附录Ⅺ D)，剂量按家兔体重每 1kg 注射 10ml，应符合规定(供注射用)。

【含量测定】 取本品约 0.15g，精密称定，加无水甲酸 3ml 溶解后，加冰醋酸 50ml，照电位滴定法(附录Ⅶ A)，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定，将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 14.62mg 的 $C_5H_{10}N_2O_3$。

【类别】 氨基酸类药

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 (1)谷氨酰胺胶囊 (2)谷氨酰胺颗粒

谷氨酰胺胶囊

Gu'anxian'an Jiaonang

Glutamine Capsules

本品含谷氨酰胺($C_5H_{10}N_2O_3$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色细颗粒。

【鉴别】 (1)取本品内容物的水溶液(1→50)5ml，加稀盐酸 5 滴和亚硝酸钠试液 1ml，应发泡。

(2)取本品内容物的水溶液(1→1000)5ml，加茚三酮试液 1ml，加热 3 分钟，溶液显紫色。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **干燥失重** 取本品的内容物适量，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.4%(附录Ⅷ L)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第一法)，以水 500ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取谷氨酰胺对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算每粒的溶出量。限度为标示量的 80%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以辛烷磺酸钠溶液(取辛烷磺酸钠 0.865g，加水 1000ml 溶解，加磷酸 0.5ml，混匀)-乙腈(95：5)为流动相；检测波长为 210nm。取本品内容物 50mg，加水溶解并稀释至 10ml，置水浴加热 20 分钟，滤过，取滤液作为系统适用性溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，谷氨酰胺峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求，理论板数按谷氨酰胺峰计算不低于 3000。

测定法 取装量差异项下的内容物，混合均匀，研细，精密称取适量(约相当于谷氨酰胺 250mg)，用水溶解稀释制成每 1ml 中约含谷氨酰胺 0.5mg 的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取谷氨酰胺对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同谷氨酰胺。

【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光，密封保存。

谷氨酰胺颗粒

Gu'anxian'an Keli

Glutamine Granules

本品含谷氨酰胺($C_5H_{10}N_2O_3$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或乳白色颗粒，略带甜味。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于谷氨酰胺0.5g)，加水10ml，微热使溶解，滤过，取滤液2ml，加茚三酮5mg，微热，溶液显紫色。

(2)取[鉴别](1)项下滤液2ml，加稀盐酸5滴和亚硝酸钠试液1ml，应发泡。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **干燥失重** 取本品，在80℃减压干燥至恒重，减失重量不得过2.0%(附录Ⅷ L)。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ N)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以辛烷磺酸钠溶液(取辛烷磺酸钠0.865g，加水1000ml溶解，加磷酸0.5ml，混匀)-乙腈(95∶5)为流动相；检测波长为210nm。取本品50mg，加水溶解并稀释至10ml，置水浴加热20分钟，滤过，取续滤液作为系统适用性溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，谷氨酰胺峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求，理论板数按谷氨酰胺峰计算不低于3000。

测定法 精密称取本品适量(约相当于谷氨酰胺250mg)，加水溶解并稀释制成每1ml中约含谷氨酰胺0.5mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取谷氨酰胺对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同谷氨酰胺。

【规格】 1.0g

【贮藏】 遮光，置阴凉处密封保存。

尿素软膏

Niaosu Ruangao

Urea Ointment

本品含尿素(CH_4N_2O)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为黄色稠度均匀的软膏。

【鉴别】 (1)取含量测定项下剩余溶液2～3ml，加盐酸1滴，摇匀后，加10%呫吨氢醇的甲醇溶液2～3滴，即产生沉淀，此沉淀加等量的乙醇应不溶解。

(2)取本品适量(约相当于尿素50mg)，加无水乙醇5ml，水浴加热使尿素溶解，移置冰浴中冷却，滤过，滤液作为供试品溶液；另取尿素对照品约50mg，加无水乙醇5ml，振摇使溶解，作为对照品溶液；取供试品溶液和对照品溶液各1ml，混匀，作为系统适用性溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以无水乙醇和13.5mol/L的氨水(99∶1)为展开剂，展开，取出，晾干，喷以含0.5%对二甲氨基苯甲醛和0.5%硫酸的无水乙醇溶液，系统适用性溶液只能显1个斑点，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

【检查】 应符合软膏剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ F)。

【含量测定】 **对照品溶液的制备** 精密称取尿素对照品250mg，置100ml量瓶中，加水适量溶解后，稀释至刻度，摇匀，精密量取10ml，移置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀(每1ml含尿素0.25mg)。

供试品溶液的制备 精密称取本品0.25g(约相当于尿素25mg)，置100ml量瓶中，加水适量，置水浴上加热，使基质溶化，剧烈振摇，使尿素完全溶于水中，移置冰浴中冷却片刻，取出放置至室温，用水稀释至刻度，摇匀，过滤2次。

测定法 精密量取对照品溶液9ml、10ml、11ml与供试品溶液10ml，分别置25ml量瓶中，另取水10ml作空白，各精密加对二甲氨基苯甲醛试液(称取对二甲氨基苯甲醛2g，加乙醇94ml及盐酸6ml溶解，即得)10ml，用水稀释至刻度，摇匀，放置暗处15分钟。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在420nm的波长处测定吸光度，以对照品溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。根据供试液吸光度读数，从标准曲线中求出供试品的含量。

【类别】 皮肤外用药。

【规格】 10%

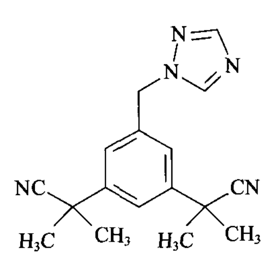
【贮藏】 密封，在凉暗处保存。

曾用名：治裂膏

阿那曲唑

Anaquzuo

Anastrozole



$C_{17}H_{19}N_5$　293.37

本品为 α,α,α′,α′-四甲基-5-(1*H*-1,2,4-三唑-1-基甲基)-1,3-二乙腈基苯。按干燥品计算,含 $C_{17}H_{19}N_5$ 不得少于 98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,味苦。

本品在乙腈或乙酸乙酯中易溶,在乙醇中溶解,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为 81～84℃。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg,置干燥试管中,加丙二酸约 50mg 与醋酐 2ml,在 85～95℃水浴中加热 10 分钟,溶液显棕红色。

(2)取本品与阿那曲唑对照品各适量,分别加乙腈约 5ml 溶解,用流动相分别稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照有关物质项下的方法试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 1151 图)一致。

【检查】 **有关物质** 取本品适量,加乙腈约 5ml 溶解后,用流动相稀释制成每 1ml 中约含 100μg 的溶液作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(45∶55)为流动相;检测波长为 210nm。理论板数按阿那曲唑峰计算不低于 2500。取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%;再精密量取供试品溶液和对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

氰化物 称取本品 1.0g,加乙酸乙酯 10ml 溶解后,加水 15ml 提取,取水层按氰化物检查法(附录Ⅷ F 第一法),自"加 10%酒石酸溶液 3ml 起",依法检查,不得显蓝色或绿色。

干燥失重 取本品,在 60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过 0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 称取本品 1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约 0.23g,精密称定,加冰醋酸 30ml 使溶解,加结晶紫指示液 1 滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至绿色,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于 29.34mg 的 $C_{17}H_{19}N_5$。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 阿那曲唑片

阿昔洛韦葡萄糖注射液

Axiluowei Putaotang Zhusheye

Aciclovir and Glucose Injection

本品为阿昔洛韦与葡萄糖的灭菌水溶液。含阿昔洛韦($C_8H_{11}N_5O_3$)应为标示量的 95.0%～105.0%,含葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】 本品应为无色或几乎无色的澄明液体;味甜。

【鉴别】 (1)取本品,缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH 值** 应为 3.5～5.5(附录Ⅵ H)。

鸟嘌呤与其他有关物质 精密量取本品 10ml,置 50ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另精密称取鸟嘌呤对照品 10mg,置 50ml 量瓶中,加 0.4%氢氧化钠溶液 5ml 使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,作为鸟嘌呤对照品贮备液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,加入 0.5%磷酸溶液 2ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为鸟嘌呤对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水为流动相 A,甲醇为流动相 B,按下表进行梯度洗脱;柱温 35℃;检测波长为 254nm。取鸟嘌呤对照品溶液与对照溶液各适量,等体积混合,摇匀,取 20μl 注入液相色谱仪,调节色谱系统及检测灵敏度,阿昔洛韦峰与鸟嘌呤之间的分离度应大于 3.0;阿昔洛韦峰的峰高约为满量程的 10%。再精密量取鸟嘌呤对照品溶液、对照溶液和供试品溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有与鸟嘌呤保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含鸟嘌呤的量不得过阿昔洛韦标示量的 1.0%;其他各杂质峰面积之和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	94	6
15	94	6
40	65	35
41	94	6
51	94	6

5-羟甲基糠醛 精密称取 5-羟甲基糠醛对照品适量,加水溶解并定量稀释成每 1ml 中含 3μg 的溶液,作为 5-羟甲基糠醛对照品溶液。照含量测定阿昔洛韦项下的色谱条件测定,检测波长为 284nm。精密量取 5-羟甲基糠醛对照品溶液、鸟嘌呤与其他有关物质项下的供试品溶液各 20μl,分别注入

液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，供试品中含5-羟甲基糠醛的量不得过葡萄糖标示量的0.03%。

渗透压摩尔浓度　取本品，依法测定（附录Ⅸ G），本品的渗透压摩尔浓度应为250～320mOsmol/kg。

重金属　取本品适量（约相当于葡萄糖3g），蒸发至约20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液（pH 3.5）2ml与水适量使成25ml，依法检查（附录Ⅷ H第一法），按葡萄糖含量计，含重金属不得过百万分之五。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每1ml中含内毒素的量应小于1.0EU。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】 **阿昔洛韦**　精密量取本品适量，用水定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液，作为供试品溶液，照阿昔洛韦含量测定项下的方法测定，即得。

葡萄糖　取本品，在25℃时，依法测定旋光度（附录Ⅵ E），与2.0852相乘，即得供试品中含葡萄糖（$C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$）的量（g）。

【类别】　同阿昔洛韦。

【规格】　（1）100ml：阿昔洛韦0.1g与葡萄糖5g　（2）250ml：阿昔洛韦0.125g与葡萄糖12.5g　（3）250ml：阿昔洛韦0.25g与葡萄糖12.5g

【贮藏】　遮光，密闭，在10℃以上保存。

阿法骨化醇软胶囊

Afaguhuachun Ruan Jiaonang

Alfacalcidol Soft Capsules

本品由阿法骨化醇加精制食用植物油并可加适宜抗氧剂制成，含阿法骨化醇（$C_{27}H_{44}O_2$）应为标示量的90.0%～120.0%。

【性状】　本品的内容物为淡黄色至深黄色油状液。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **含量均匀度**　取本品1粒的内容物作为供试品溶液，照含量测定项下的方法测定含量。限度为±25%，应符合规定（附录Ⅹ E）。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ E）。

【含量测定】　避光操作。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用硅胶为填充剂；以石油醚（60～90℃）-乙酸乙酯-四氢呋喃（2：1：1）为流动相；检测波长为265nm。取阿法骨化醇对照品溶液，于太阳光或钨灯光下照射0.5小时，产生一定量反式阿法骨化醇，取20μl注入液相色谱仪，反式阿法骨化醇峰相对阿法骨化醇峰的相对保留时间约为0.94，阿法骨化醇峰与反式阿法骨化醇峰之间的分离度应符合要求，阿法骨化醇峰拖尾因子应小于1.5，理论板数按阿法骨化醇峰计算不低于2500。

测定法　取本品60粒（0.25μg规格）或40粒（0.5μg规格），精密称定，倾出内容物，囊壳用乙醚洗净。挥净乙醚，精密称定，求出每粒内容物的平均重量。将内容物混匀，精密称取适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含阿法骨化醇1μg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取阿法骨化醇对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含1μg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同阿法骨化醇。

【规格】　（1）0.25μg　（2）0.5μg

【贮藏】　遮光，密封，在凉暗干燥处保存。

阿莫西林舒巴坦匹酯片

Amoxilin Shubatanpizhi Pian

Amoxicillin Sulbactam Pivoxil Tablets

本品为阿莫西林与舒巴坦匹酯的复方制剂[阿莫西林（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$）与舒巴坦（$C_8H_{11}NO_5S$）标示量之比为1：1]。含阿莫西林（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$）应为标示量的90.0.%～120.0%，含舒巴坦匹酯按舒巴坦（$C_8H_{11}NO_5S$）计应为标示量的90.0%～115.0%。

【性状】　本品为白色至类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色至类白色。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与阿莫西林和舒巴坦匹酯混合对照品溶液两个主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质**　临用新配。精密称取本品细粉适量（约相当于阿莫西林25mg），置25ml量瓶中，加流动相适量，超声使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取5ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。精密量取对照溶液3ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，取灵敏度溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，阿莫西林峰高的信噪比应大于5。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至阿莫西林峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两个主峰面积之和（5.0%），供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液两主峰面积和的0.05倍的峰忽略不计。

溶出度　取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以0.25%的十二烷基硫酸钠溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经60分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液，或精密量取续滤液适量，加溶出介质

定量稀释制成每1ml中约含阿莫西林和舒巴坦各0.14mg的混合溶液作为供试品溶液(规格为0.5g);另精密称取阿莫西林对照品和舒巴坦匹酯对照品各适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含阿莫西林和舒巴坦各0.14mg的混合溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定,分别计算每片中阿莫西林和舒巴坦的溶出量。限度均应为标示量的70%,应符合规定。

水分　取本品,研细,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过7.0%。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以0.005mol/L十二烷基硫酸钠(用磷酸调节pH值至2.5)-甲醇(43∶57)为流动相,检测波长230nm,理论板数按阿莫西林峰计算不低于5000,舒巴坦匹酯峰与阿莫西林峰之间的分离度应大于3.0。

测定法　临用新配。取本品20片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于阿莫西林25mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,超声使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,立即精密量取续滤液20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另精密称取阿莫西林对照品和舒巴坦匹酯对照品各适量,加流动相溶解并定量稀释制成与供试品溶液浓度相同的混合对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积分别计算供试品中$C_{16}H_{19}N_3O_5S$和$C_8H_{11}NO_5S$的含量。

【类别】　β-内酰胺类抗生素,青霉素类。

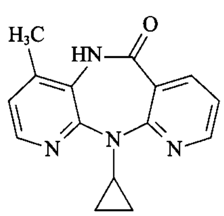
【规格】　(1)0.25g($C_{16}H_{19}N_3O_5S$ 0.125g与$C_8H_{11}NO_5S$ 0.125g)　(2)0.5g($C_{16}H_{19}N_3O_5S$ 0.25g与$C_8H_{11}NO_5S$ 0.25g)

【贮藏】　密封,在凉暗干燥处保存。

奈韦拉平

Naiweilaping

Nevirapine



$C_{15}H_{14}N_4O$　　266.30

本品为11-环丙基-5,11-二氢-4-甲基-6*H*-二吡啶并[3,2-b∶2′,3′-e][1,4]二氮杂䓬-6-酮。按干燥品计算,含$C_{15}H_{14}N_4O$应为98.0%～102.0%。

【性状】　本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在三氯甲烷中溶解,在乙醇或甲醇中微溶,在水中几乎不溶。

【鉴别】　(1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1159图)一致。

【检查】　**有关物质**　取含量测定项下的供试品贮备溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相稀释制成每1ml中约含奈韦拉平2.5μg的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,再精密量取上述两种溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.4倍(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

干燥失重　取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(33∶67)为流动相;检测波长为220nm。理论板数按奈韦拉平峰计算不低于2000。

测定法　取本品约50mg,精密称定,置100ml量瓶中,加甲醇30ml使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品贮备溶液;精密量取适量,加流动相定量稀释制成每1ml中约含50μg的溶液,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取奈韦拉平对照品,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】　抗病毒药。

【贮藏】　遮光,密封保存。

【制剂】　奈韦拉平片

奈韦拉平片

Naiweilaping Pian

Nevirapine Tablets

本品含奈韦拉平($C_{15}H_{14}N_4O$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片。

【鉴别】　(1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量(约相当于奈韦拉平25mg),加二

氯甲烷10ml，振摇1分钟，用滤纸滤过，取滤液再用0.45μm聚四氟乙烯滤膜滤过，将滤液置蒸发皿中，80℃蒸干，残渣在105℃干燥1小时，其红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集1159图）一致。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的供试品贮备溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用乙腈-水（20∶80）稀释制成每1ml中约含奈韦拉平0.5μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%，再精密量取上述两种溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍（0.2%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍（0.5%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以磷酸盐缓冲液（取磷酸3.9ml，磷酸二氢钠5.73g，加水稀释至1000ml，用磷酸调节pH值至2.0±0.02）900ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经60分钟时，取溶液滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另精密称取奈韦拉平对照品约18mg，置500ml量瓶中，加乙醇50ml与溶出介质300ml，超声处理20分钟，放冷，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置10ml量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在313nm的波长处测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-磷酸二氢铵溶液（取磷酸二氢铵2.88g，加水1000ml使溶解，用2mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至5.0）（20∶80）为流动相；柱温30℃；检测波长为220nm。理论板数按奈韦拉平峰计算不低于3000。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于奈韦拉平50mg），置100ml量瓶中，加乙腈-水（50∶50）40ml，超声10分钟，使奈韦拉平溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品贮备溶液。精密量取续滤液适量，用乙腈-水（20∶80）定量稀释制成每1ml中约含奈韦拉平50μg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奈韦拉平对照品，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同奈韦拉平。

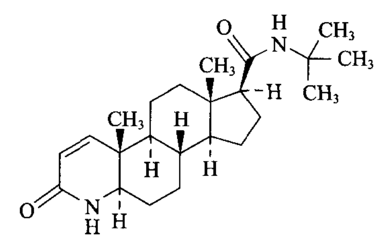
【规格】 0.2g

【贮藏】 遮光，密封保存。

非那雄胺

Feinaxiong'an

Finasteride



$C_{23}H_{36}N_2O_2$　372.55

本品为*N*-叔丁基-3-氧代-4-氮杂-5α-雄甾-1-烯-17β-酰胺。按干燥品计算，含$C_{23}H_{36}N_2O_2$应为98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭，味苦。

本品在甲醇、乙醇中易溶，在乙腈、乙酸乙酯中略溶，在水中几乎不溶；在冰醋酸中易溶。

比旋度 取本品约0.5g，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇使溶解并稀释至刻度，摇匀，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为+12°至+14°。

【鉴别】 （1）取本品约20mg，加氢氧化钠0.1g，置试管中，混匀，加热至熔化，产生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集793图）一致（如不一致，则取本品与非那雄胺对照品，分别加甲醇溶解后蒸干，残渣依法测定，两者的红外光吸收图谱应一致）。

【检查】 **有关物质** 取本品约25mg，置25ml量瓶中，加流动相使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍（1.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

残留溶剂 照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第三法）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以聚乙二醇为固定液的毛细管柱（如HP-INNOWAX，30m×0.53mm，1.0μm，或极性相近）为色谱柱，程序升温，起始温度40℃，维持6分钟，以每分钟10℃的速率升温至220℃，维持2分钟。进样口温度220℃，检测器温度240℃。取对照品溶液1μl注入气相色谱

仪，各成分峰之间的分离度均应符合要求。

内标溶液的制备　取正丁醇适量，加 N-甲基吡咯烷酮制成每 1ml 中含正丁醇为 0.2mg 的溶液，摇匀，即得。

测定法　取环己烷、四氢呋喃、乙酸乙酯、甲醇、二氯甲烷、甲苯、二氧六环、吡啶、氯苯、N，N-二甲基甲酰胺与乙二醇适量，精密称定，加内标溶液制成每 1ml 含环己烷 0.194mg、四氢呋喃 0.036mg、乙酸乙酯 0.25mg、甲醇 0.15mg、二氯甲烷 0.03mg、甲苯 0.044mg、二氧六环 0.019mg、吡啶 0.01mg、氯苯 0.018mg、N，N-二甲基甲酰胺 0.044mg 与乙二醇 0.031mg 的溶液作为对照品溶液；另取本品约 0.5g，精密称定，置 10ml 量瓶中，加内标溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1μl，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。按内标法以峰面积计算。含环己烷不得过 0.388%、四氢呋喃不得过 0.072%、乙酸乙酯不得过 0.5%、甲醇不得过 0.3%、二氯甲烷不得过 0.06%、甲苯不得过 0.089%、二氧六环不得过 0.038%、吡啶不得过 0.02%、氯苯不得过 0.036%、N，N-二甲基甲酰胺不得过 0.088%与乙二醇不得过 0.062%。

干燥失重　取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣　取本品 1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过 0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H 第二法），含重金属不得过百万分之十。

硒　取本品 0.1g，依法检查（附录Ⅷ D），应符合规定（0.005%）。

砷盐　取本品 0.5g，加氢氧化钙 0.5g，混匀，小火加热至炭化，550℃灰化，加盐酸 5ml 与水 23ml，依法操作（附录Ⅷ J），应符合规定（0.0004%）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水（50∶50）为流动相，检测波长为 210nm，柱温为 30℃。取非那雄胺与 N-叔丁基-3-氧代-4-氮杂-5α-雄甾烷-17β-酰胺（杂质Ⅰ）适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含非那雄胺 0.1mg 与杂质Ⅰ 0.01mg 的溶液，作为系统适用性溶液。取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按非那雄胺峰计算不低于 3000，非那雄胺峰与杂质Ⅰ峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品约 25mg，精密称定，置 25ml 量瓶中，加流动相适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取非那雄胺对照品适量，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　5α-还原酶抑制剂。

【贮藏】　遮光，密封保存。

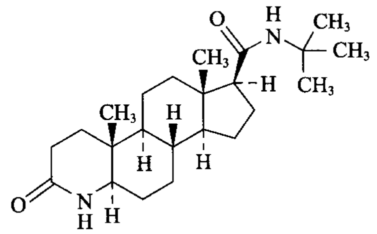
【制剂】　(1)非那雄胺片　(2)非那雄胺胶囊

附：

杂质Ⅰ

化学名：N-叔丁基-3-氧代-4-氮杂-5α-雄甾烷-17β-酰胺

结构式：



分子式：$C_{23}H_{38}N_2O_2$

分子量：374.57

非那雄胺片

Feinaxiong'an Pian

Finasteride Tablets

本品含非那雄胺（$C_{23}H_{36}N_2O_2$）应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】　(1)取本品细粉适量（约相当于非那雄胺 20mg），加甲醇 10ml，超声使溶解，滤过，滤液减压蒸干，加氢氧化钠 0.1g，混匀，加热，产生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**有关物质**　取本品细粉适量（约相当于非那雄胺 25mg），置 25ml 量瓶中，加流动相适量，振摇使非那雄胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液 1ml，置 200ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 25%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（1.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

含量均匀度　取本品 1 片，研细，置 10ml（1mg 规格）或 50ml（5mg 规格）量瓶中，加流动相适量，振摇使非那雄胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 20μl，照含量测定项下的方法测定，计算每片的含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法[附录Ⅹ C第三法(1mg规格)或第二法(5mg规格)]，以水200ml(1mg规格)或900ml(5mg规格)为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取非那雄胺对照品约12.5mg，精密称定，置50ml量瓶中，加少量甲醇使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取供试品溶液与对照品溶液各50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水(50：50)为流动相，检测波长为210nm，柱温为30℃。取非那雄胺与*N*-叔丁基-3-氧代-4-氮杂-5α-雄甾烷-17β-酰胺(杂质Ⅰ)适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含非那雄胺0.1mg与杂质Ⅰ 0.01mg的溶液，作为系统适用性溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按非那雄胺峰计不低于3000，非那雄胺峰与杂质Ⅰ峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品30片(1mg规格)或20片(5mg规格)，精密称定，研细，精密称取细粉适量(约相当于非那雄胺10mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，振摇使非那雄胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取非那雄胺对照品约10mg，精密称定，置100ml量瓶中，加流动相适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同非那雄胺。

【贮藏】 遮光，密封保存。

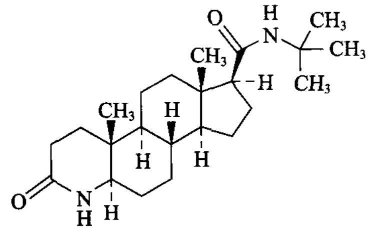
【规格】 (1)1mg (2)5mg

附：

杂质Ⅰ

化学名：*N*-叔丁基-3-氧代-4-氮杂-5α-雄甾烷-17β-酰胺

结构式：



分子式：$C_{23}H_{38}N_2O_2$

分子量：374.57

非那雄胺胶囊

Feinaxiong'an Jiaonang

Finasteride Capsules

本品含非那雄胺($C_{23}H_{36}N_2O_2$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于非那雄胺20mg)，加甲醇10ml，超声使溶解，滤过，滤液减压蒸干，加氢氧化钠0.1g，混匀，加热，产生的气体能使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品内容物适量(约相当于非那雄胺25mg)，置25ml量瓶中，加流动相适量，振摇使非那雄胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品1粒，将内容物倾入50ml量瓶中，囊壳用流动相分次洗涤，洗液并入量瓶中，加流动相适量，振摇使非那雄胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20μl，照含量测定项下的方法测定，计算每粒含量，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以水1000ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取非那雄胺对照品约12.5mg，精密称定，置50ml量瓶中，加少量甲醇使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取供试品溶液与对照品溶液各50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算每粒的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅

胶为填充剂，以乙腈-水（50∶50）为流动相，检测波长为210nm，柱温为30℃。取非那雄胺与*N*-叔丁基-3-氧代-4-氮杂-5α-雄甾烷-17β-酰胺（杂质Ⅰ）适量，加流动相适量使溶解并稀释制成每1ml中含非那雄胺0.1mg与杂质Ⅰ0.01mg的溶液，作为系统适用性溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图。理论板数按非那雄胺峰计算不低于3000，非那雄胺峰与杂质Ⅰ峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品20粒，精密称定，计算平均装量。取内容物，混匀，研细，精密称取细粉适量（约相当于非那雄胺25mg），置50ml量瓶中，加流动相适量，振摇使非那雄胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液10ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取非那雄胺对照品约25mg，精密称定，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同非那雄胺。

【贮藏】　遮光，密封保存。

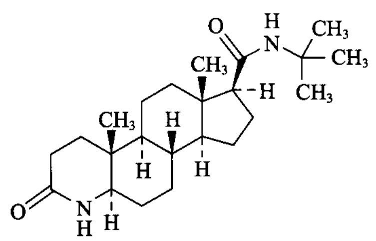
【规格】　5mg

附：

杂质Ⅰ

化学名：*N*-叔丁基-3-氧代-4-氮杂-5α-雄甾烷-17β-酰胺

结构式：



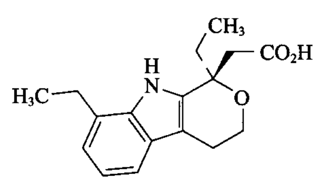
分子式：$C_{23}H_{38}N_2O_2$

分子量：374.57

依 托 度 酸

Yituodusuan

Etodolac



$C_{17}H_{21}NO_3$　287.36

本品为(±)1,8-二乙基-1,3,4,9-四氢吡喃并[3,4-b]吲哚-1-乙酸。按干燥品计算，含$C_{17}H_{21}NO_3$不得少于98.5%。

【性状】　本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在乙醇中易溶，在水中几乎不溶。

熔点　本品的熔点（附录Ⅵ C）为144～150℃。

【鉴别】　(1)取本品及依托度酸对照品各适量，分别加丙酮溶解并稀释制成每1ml中约含1mg的溶液，作为供试品溶液与对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述两种溶液各5μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以甲苯-无水乙醇-冰醋酸（70∶30∶0.5）为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

【检查】　**溶液的颜色**　取本品0.1g，加甲醇-水（4∶6）的混合溶液10ml，振摇使溶解，溶液应无色，如显色，与黄色2号标准比色液（附录Ⅸ A第一法）比较，不得更深。

有关物质　取本品适量，精密称定，加乙腈溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用乙腈定量稀释制成每1ml中约含1μg的溶液，作为对照溶液。另取依托度酸对照品和1-甲基同系物对照品各适量，加乙腈溶解并稀释制成每1ml中含依托度酸0.5mg和1-甲基同系物10μg的混合溶液，作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.6%（ml/ml）磷酸溶液为流动相A，0.6%（ml/ml）磷酸乙腈溶液为流动相B；流速为每分钟1ml，按下表进行梯度洗脱；检测波长为225nm。

时间（分钟）	流动相A(%)	流动相B(%)
0	60	40
5	60	40
5.1	20	80
35	20	80
35.1	60	40
45	60	40

取系统适用性溶液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，1-甲基同系物峰和依托度酸峰之间的分离度应大于6.0。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，1-甲基同系物与8-甲基同系物（与1-甲基同系物相同保留时间）峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2.5倍（0.5%）；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2%）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍（1.0%）。

残留溶剂　**甲醇与甲苯**　取本品约0.1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入二甲基甲酰胺2ml，密封，作为供试品溶液；取甲醇和甲苯适量，精密称定，用二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中含甲醇0.15mg和甲苯0.0445mg的混合溶

液，精密量取 2ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P 第二法）测定，以 6％氰丙基苯基-94％二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱，起始温度 40℃，维持 5 分钟，再以每分钟 35℃的速率升温至 220℃，维持 2 分钟；进样口温度为 200℃，检测器温度为 260℃；顶空瓶平衡温度为 80℃，平衡时间为 30 分钟。取对照品溶液顶空进样，记录色谱图，甲醇峰与甲苯峰之间的分离度应符合要求。取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

氯化物 取本品 0.2g，加甲醇 34ml，振摇使溶解，加水 6ml，依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液 6.0ml，加甲醇 34ml 制成的对照液比较，不得更浓（0.03％）。

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在 60℃减压干燥至恒重，减失重量不得过 0.5％（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过 0.1％。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H 第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约 0.5g，精密称定，加中性乙醇（对酚酞指示液显中性）30ml，溶解后，加酚酞指示液数滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定。每 1ml 的氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于 28.74mg 的 $C_{17}H_{21}NO_3$。

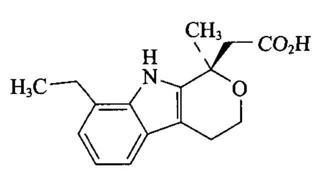
【类别】 非甾体抗炎药。

【贮藏】 密封，干燥处保存。

【制剂】 依托度酸片

附：

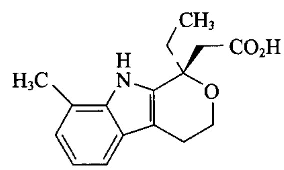
1-甲基依托度酸



分子式：$C_{16}H_{19}NO_3$ 分子量：273.4

化学名：（±）8-乙基-1-甲基-1，3，4，9-四氢吡喃并[3，4-b]吲哚-1-乙酸。

8-甲基依托度酸



分子式：$C_{16}H_{19}NO_3$ 分子量：273.4

化学名：（±）1-乙基-8-甲基-1，3，4，9-四氢吡喃并[3，4-b]吲哚-1-乙酸。

依托度酸片

Yituodusuan Pian

Etodolac Acid Tablets

本品含依托度酸（$C_{17}H_{21}NO_3$）应为标示量的 95.0％～105.0％。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 （1）取本品细粉适量，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含依托度酸 5μg 的溶液，滤过，续滤液照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在 226nm 与 280nm 的波长处有最大吸收，在 247nm 的波长处有最小吸收。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量，精密称定，加乙腈溶解并稀释制成每 1ml 中含依托度酸 0.5mg 的溶液，滤过，续滤液作为供试品溶液；照依托度酸有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，1-甲基同系物与 8-甲基同系物（与 1-甲基同系物相同保留时间）峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍（0.5％）；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2％）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍（1.0％）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C 第一法），以磷酸盐缓冲液（pH 6.8）[取 0.2mol/L 磷酸二氢钾 250ml，加 0.2mol/L 氢氧化钠溶液 112ml，加水至 1000ml]900ml 为溶出介质，转速为每分钟 100 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液适量滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中含 12μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在 278nm 的波长处测定吸光度；另取依托度酸对照品适量，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 12μg 的溶液，同法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的 80％，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水-磷酸（500：500：0.25）为流动相；流速为每分钟 1.5ml；检测波长为 274nm。取依托度酸对照品和 1-甲基同系物对照品各适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含依托度酸 0.2mg 和 1-甲基同系物 10μg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，1-甲基同系物峰和依托度酸峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于依托度酸 50mg），置 250ml 量瓶中，加流动相适量，振摇使依托度酸溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图。另取依托度酸对照品适

量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.2mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同依托度酸。

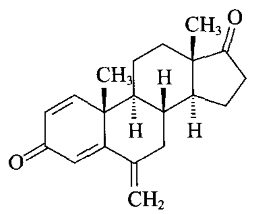
【规格】 (1)0.2g (2)0.4g。

【贮藏】 遮光，密封保存。

依西美坦

Yiximeitan

Exemestane



$C_{20}H_{24}O_2$ 296.41

本品为6-亚甲基雄甾-1,4-二烯-3,17-二酮。按干燥品计算，含$C_{20}H_{24}O_2$应为98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭。

本品在三氯甲烷中易溶，在乙酸乙酯、丙酮、甲醇或乙醇中溶解，在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为192～196℃。

比旋度 取本品约0.5g，精密称定，置50ml量瓶中，加乙醇使溶解并稀释至刻度，摇匀，依法测定(附录Ⅵ E)，比旋度为+288°至+298°。

吸收系数 取本品约25mg，精密称定，置50ml量瓶中，加乙醇使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置100ml量瓶中，用乙醇稀释至刻度，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在246nm的波长处测定吸光度，吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为475～495。

【鉴别】 (1)取本品约5mg，加硫酸3ml使溶解，放置5分钟，溶液渐变为橙红色，倾入1ml水中，溶液变为棕红色，并有絮状沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品，加乙醇溶解制成每1ml中含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在246nm的波长处有最大吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1156图)一致。

【检查】 **乙醇溶液的澄清度与颜色** 取本品0.10g，加乙醇10ml溶解，溶液应澄清无色。

有关物质 取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每1ml中约含2.5μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

残留溶剂 甲苯、环己烷、四氢呋喃、二氧六环、二氯甲烷、三氯甲烷与甲醇 精密称取正丁醇适量，加*N*-甲基吡咯烷酮溶解并定量稀释制成每1ml中含0.5mg的溶液，作为内标溶液。取甲苯、环己烷、四氢呋喃、二氧六环、二氯甲烷、三氯甲烷与甲醇各适量，精密称定，加内标溶液溶解并定量稀释制成每1ml中各约含0.089mg、0.388mg、0.072mg、0.038mg、0.06mg、0.006mg与0.3mg的混合溶液，精密量取2ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液；另取本品约0.2g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入内标溶液2ml，振摇使溶解，密封，作为供试品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定。以聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱；起始温度30℃，维持30分钟，以每分钟20℃的速率升温至300℃，维持7分钟；进样口温度为200℃；检测器温度为220℃；顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为20分钟。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度均应符合要求。分别取供试品溶液与对照品溶液顶空进样，记录色谱图，按内标法以峰面积计算，均应符合规定。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水(35∶65)为流动相；检测波长为249nm；柱温为40℃。取依西美坦对照品及雄甾-4-烯-3,17-二酮对照品适量，加流动相使溶解并稀释制成每1ml中含依西美坦和雄甾-4-烯-3,17-二酮均为2.5μg的混合溶液。取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，依西美坦峰与雄甾-4-烯-3,17-二酮峰之间的分离度应大于2.5。

测定法 取本品约25mg，精密称定，置50ml量瓶中，加流动相适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取依西美坦对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 (1)依西美坦片 (2)依西美坦胶囊

依西美坦片

Yiximeitan Pian

Exemestane Tablets

本品含依西美坦($C_{20}H_{24}O_2$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于依西美坦5mg)，加乙醇约10ml，充分振摇使依西美坦溶解，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣加硫酸3ml使溶解，放置5分钟，溶液渐变为橙红色，倾入1ml水中，溶液变为棕红色，并有絮状沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量，加乙醇制成每1ml中约含依西美坦10μg的溶液，滤过，取续滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在246nm的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含依西美坦0.5mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含2.5μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(1.5%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以0.5%十二烷基硫酸钠溶液1000ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，用0.5%十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另取依西美坦对照品适量，加0.5%十二烷基硫酸钠溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，作为对照品溶液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在246nm的波长处测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于依西美坦25mg)，置50ml量瓶中，加流动相适量振摇使依西美坦溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl，照依西美坦项下的方法测定，即得。

【类别】 同依西美坦。

【规格】 25mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

依西美坦胶囊

Yiximeitan Jiaonang

Exemestane Capsules

本品含依西美坦($C_{20}H_{24}O_2$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒状粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于依西美坦5mg)，加乙醇约10ml，充分振摇使依西美坦溶解，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣加硫酸3ml使溶解，放置5分钟，溶液渐变为橙红色，倾入1ml水中，溶液变为棕红色，并有絮状沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量，加乙醇制成每1ml中约含依西美坦10μg的溶液，滤过，取续滤液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在246nm的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取本品内容物适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含依西美坦0.5mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含2.5μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(1.5%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以0.5%十二烷基硫酸钠溶液1000ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，用0.5%十二烷基硫酸钠溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。另精密称取依西美坦对照品适量，加0.5%十二烷基硫酸钠溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，作为对照品溶液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在246nm的波长处测定吸光度，计算每粒的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量(约相当于依西美坦25mg)，置50ml量瓶中，加流动相适量，振摇使依西美坦溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl，照依西美坦项下的方法测定，即得。

【类别】 同依西美坦。

【规格】 25mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

乳酸左氧氟沙星胶囊

Rusuan Zuoyangfushaxing Jiaonang

Levofloxacin Lactate Capsules

本品含乳酸左氧氟沙星以左氧氟沙星($C_{18}H_{20}FN_3O_4$)计，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为类白色至淡黄色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星0.1mg的溶液，滤过，精密量取续滤液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含左氧氟沙星0.02mg的溶液，作为供试品溶液；另取氧氟沙星对照品适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含氧氟沙星0.1mg的溶液，精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含氧氟沙星0.04mg的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以硫酸铜D-苯丙氨酸溶液(取D-苯丙氨酸1.32g与硫酸铜1g，加水1000ml使溶解后，用氢氧化钠试液调节pH值至3.5)-甲醇(82：18)为流动相；柱温为40℃；检测波长为293nm。取供试品溶液与对照品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，右氧氟沙星与左氧氟沙星依次流出，右、左旋异构体峰之间的分离度应符合要求。供试品溶液主峰的保留时间应与氧氟沙星对照品中左氧氟沙星峰(后)的保留时间一致。

(2)取本品内容物适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星5μg的溶液，滤过，滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在293nm的波长处有最大吸收。

(3)取本品内容物适量，约相当于左氧氟沙星25mg，加水5ml，振摇，滤过，滤液显乳酸盐鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质**　取本品内容物适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星1.2mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取适量，用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中含2.4μg的溶液，作为对照溶液。另精密称取杂质A对照品约18mg，置100ml量瓶中，加6mol/L氨溶液1ml与水适量使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为杂质A对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸铵高氯酸钠溶液(取醋酸铵4.0g和高氯酸钠7.0g，加水1300ml使溶解，用磷酸调节pH值至2.2)-乙腈(85：15)为流动相A，乙腈为流动相B；按下表进行线性梯度洗脱。柱温为40℃。称取左氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质E对照品各适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星1.2mg、环丙沙星和杂质E各6μg的混合溶液，取10μl注入液相色谱仪，以294nm为检测波长，记录色谱图，左氧氟沙星峰的保留时间约为15分钟。左氧氟沙星峰与杂质E峰和左氧氟沙星峰与环丙沙星峰之间的分离度应分别大于2.0与2.5。取对照溶液10μl注入液相色谱仪，以294nm为检测波长，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取供试品溶液、对照溶液和杂质A对照品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，以294nm和238nm为检测波长，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，杂质A(238nm检测)按外标法以峰面积计算，不得过0.3%，其他单个杂质(294nm检测)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(0.3%)，其他各杂质峰面积的和(294nm检测)不得大于对照溶液主峰面积的3.5倍(0.7%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的杂质峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	100	0
18	100	0
25	70	30
39	70	30
40	100	0
50	100	0

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以盐酸溶液(9→1000)900ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星5μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在294nm的波长处测定吸光度；另取左氧氟沙星对照品适量，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含5μg的溶液，同法测定，计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸铵高氯酸钠溶液(醋酸铵4.0g和高氯酸钠7.0g，加水1300ml使溶解，用磷酸调节pH值至2.2)-乙腈(85：15)为流动相；检测波长为294nm。取左氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质E对照品各适量，加0.1mol/L盐

酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含左氧氟沙星0.12mg、环丙沙星和杂质E各6μg的混合溶液，取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图，左氧氟沙星峰的保留时间约为15分钟，左氧氟沙星峰与杂质E峰和左氧氟沙星峰与环丙沙星峰之间的分离度应分别大于2.0与2.5。

测定法 取装量差异项下的内容物，混合均匀，研细，精密称取适量(约相当于左氧氟沙星0.12g)，置100ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，精密量取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取左氧氟沙星对照品适量，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同乳酸左氧氟沙星胶囊。

【规格】 0.1g(按$C_{18}H_{20}FN_3O_4$计算)

【贮藏】 遮光，密封保存。

附：

杂质A：(一)9,10-二氟-3-甲基-7-氧化-2,3-二氢-7*H*-吡啶并[1,2,3-*de*]-1,4-苯并噁嗪-6-羧酸

杂质E：(一)9-氟-3-甲基-7-氧代-10-(1-哌嗪基)-2,3-二氢-7*H*-吡啶并[1,2,3-*de*]-1,4-苯并噁嗪-6-羧酸

乳酸环丙沙星注射液

Rusuan Huanbingshaxing Zhusheye

Ciprofloxacin Lactate Injection

本品为乳酸环丙沙星的灭菌水溶液。含乳酸环丙沙星按环丙沙星($C_{17}H_{18}FN_3O_3$)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为淡黄色或淡黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 (1)量取本品适量，用乙醇稀释制成每1ml中约含环丙沙星1mg的溶液，作为供试品溶液；取环丙沙星对照品与氧氟沙星对照品适量，加0.1mol/L盐酸溶液适量(每5mg环丙沙星加0.1mol/L盐酸溶液1ml)使溶解，用乙醇稀释制成每1ml中约含环丙沙星1mg与氧氟沙星1mg的溶液，作为系统适用性溶液；另取环丙沙星对照品适量，加0.1mol/L盐酸溶液适量(每5mg环丙沙星加0.1mol/L盐酸溶液1ml)使溶解，用乙醇稀释制成每1ml中约含环丙沙星1mg的溶液，作为对照品溶液；照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述三种溶液各2μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨溶液(5：6：2)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(254nm或365nm)下检视。系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)量取本品适量，用水定量稀释制成每1ml中约含环丙沙星10mg的溶液，作为供试品溶液；取乳酸适量，用水定量稀释制成每1ml中约含乳酸5.5mg的溶液，作为对照品溶液；另取乳酸、琥珀酸和马来酸适量，加水溶解并稀释制成每1ml中约含乳酸5.5mg、琥珀酸2.6mg和马来酸2.6mg的混合溶液，作为系统适用性溶液，照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述三种溶液各5μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以甲苯-乙酸乙酯-乙醚-甲酸(6：3：2：1)为展开剂，展开，取出，晾干，在105℃加热20分钟后，放冷，喷以显色剂(含0.075%溴甲酚绿和0.025%溴酚蓝的无水乙醇溶液)显色。系统适用性溶液应显三个完全分离的斑点，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(4)量取本品适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含乳酸0.13mg的溶液，作为供试品溶液；另称取乳酸适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含乳酸0.13mg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，检测波长为210nm，精密量取供试品溶液和对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，供试品溶液应有与对照品溶液主峰保留时间一致的色谱峰，且峰面积应大于对照品溶液主峰面积。

以上(1)和(2)两项可选做一项，(3)和(4)两项可选做一项。

【检查】 **pH值** 应为3.5～4.5(附录Ⅵ H)。

颜色 量取本品适量，用0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml中含环丙沙星2mg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在450nm的波长处测定，吸光度不得过0.03。

有关物质 精密量取本品适量，用流动相A定量稀释制成每1ml中约含环丙沙星0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相A定量稀释制成每1ml中约含1μg的溶液，作为对照溶液。另精密称取杂质A对照品约15mg，置100ml量瓶中，加6mol/L氨溶液0.6ml与水适量使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相A稀释至刻度，摇匀，作为杂质A对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；流动相A为0.025mol/L磷酸溶液-乙腈(87：13)(用三乙胺调节pH值至3.0±0.1)，流动相B为乙腈，按下表进行线性梯度洗脱。流速为每分钟1.5ml。称取氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质Ⅰ对照品各适量，加流动相A溶解并稀释制成每1ml中约含氧氟沙星5μg、环丙沙星0.5mg和杂质Ⅰ 10μg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，以278nm为检测波长，记录色谱图，环丙沙星峰的保留时间约为12分钟。环丙沙星峰与氧氟沙星峰和杂质Ⅰ峰之间的分离度均应符合要求。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，检测波长为278nm，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程

的 20%。精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质 A 对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，以 278nm 和 262nm 为检测波长，记录色谱图，环丙沙星峰的相对保留时间为 1，杂质 E、杂质 B、杂质 C、杂质 I 和杂质 D 峰的相对保留时间分别约为 0.3、0.6、0.7、1.1 和 1.2。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰（除乙二胺四醋酸二钠峰外），杂质 A（262nm 检测）按外标法以峰面积计算，不得过 0.3%。杂质 C（278nm 检测）按校正后的峰面积计算（乘以校正因子 0.6）不得大于对照溶液的 2.5 倍（0.5%）；杂质 B、D 和 E（278nm 检测）按校正后的峰面积计算（分别乘以校正因子 0.7、1.4 和 6.7），均不得大于对照溶液主峰面积（0.2%）；其他单个杂质（278nm 检测）峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2%），各杂质（278nm 检测）校正后峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3.5 倍（0.7%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰忽略不计。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	100	0
16	100	0
53	40	60
54	100	0
65	100	0

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每 1mg 环丙沙星中含内毒素的量应小于 0.75EU。

无菌　取本品，加 0.1%无菌蛋白胨水溶液稀释制成每 1ml 中含 50mg 的溶液，用薄膜过滤法处理，用 0.1%无菌蛋白胨水溶液分次冲洗（每膜不少于 900ml），以大肠埃希菌为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.025mol/L 磷酸溶液-乙腈（87：13）（用三乙胺调节 pH 值至 3.0±0.1）为流动相。检测波长为 278nm；流速为每分钟 1.5ml。取氧氟沙星对照品、环丙沙星对照品和杂质 I 对照品各适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 5μg、环丙沙星 0.1mg 和杂质 I 10μg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，环丙沙星峰的保留时间约为 12 分钟，环丙沙星峰与氧氟沙星峰和杂质 I 峰之间的分离度均应符合要求。

测定法　精密量取本品适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 0.1mg 的溶液，摇匀，精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取环丙沙星对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中 $C_{17}H_{18}FN_3O_3$ 的含量。

【类别】　同乳酸环丙沙星。

【规格】　按环丙沙星计算　(1)2ml：0.1g　(2)5ml：0.1g　(3)5ml：0.2g　(4)10ml：0.1g　(5)20ml：0.2g

【贮藏】　遮光，在阴凉处保存。

法莫替丁分散片

Famotiding Fensanpian

Famotidine Dispersible Tablets

本品含法莫替丁（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片。

【鉴别】　(1)取含量均匀度项下的供试品溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在 266nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**有关物质**　取含量测定项下的续滤液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液适量，用含量测定项下磷酸盐缓冲液稀释制成每 1ml 中含法莫替丁 5μg 的溶液作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，以含量测定项下的流动相为流动相 A，乙腈为流动相 B，按下表进行线性梯度洗脱。精密量取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 10%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（2.0%）。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	100	0
15	100	0
42	52	48
43	100	0
48	100	0

含量均匀度　取本品 1 片，置 100ml 量瓶中，加 pH 4.5 磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 13.6g，加水溶解并稀释至 1000ml，摇匀，调节 pH 值至 4.5）40ml，充分振摇使溶解，用 pH 4.5 磷酸盐缓冲液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取适量，用 pH 4.5 磷酸盐缓冲液定量稀释制成每 1ml 中含法莫替丁 10μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在 266nm 的波长处测定吸光度；另精密称取法莫替丁对照品适量，加 pH 4.5 磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液，同法测定。计算每片的含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度　取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C 第一法），以 pH 4.5 磷酸盐缓冲液 900ml 为溶出介质，转速为每分钟

100转，依法操作，经10分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液5ml，置10ml量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，照含量均匀度项下的方法，依法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的90%，应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（推荐色谱柱为：Kromasil C_{18}，250mm×4.6mm，5μm或效能相当的色谱柱）；以醋酸盐缓冲液（取醋酸钠13.6g，加水900ml使溶解，用冰醋酸调节pH值至6.0±0.1，加水至1000ml）－乙腈（93：7）为流动相；检测波长为270nm；流速为每分钟1.5ml；柱温为35℃。取法莫替丁约25mg，加乙腈2ml、磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钠13.6g，加水900ml使溶解，用氢氧化钠溶液调节pH值至7.0±0.1，加水至1000ml，取930ml与乙腈70ml混合，即得）2ml使溶解，加0.5mol/L盐酸溶液3ml，40℃水浴加热5分钟，加0.5mol/L氢氧化钠溶液3ml，再加1mol/L氢氧化钠溶液5ml，60℃水浴加热5分钟，加1mol/L盐酸溶液5ml，用磷酸盐缓冲液稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液作为系统适用性溶液。取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，调节流动相比例，使法莫替丁色谱峰的保留时间约为10分钟，杂质Ⅰ峰和杂质Ⅱ峰相对法莫替丁峰的保留时间约为0.7和1.2。理论板数按法莫替丁峰计算不低于5000，法莫替丁峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于法莫替丁25mg），置50ml量瓶中，加甲醇适量，振摇使法莫替丁溶解，用上述磷酸盐缓冲液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用上述磷酸盐缓冲液稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图。另取法莫替丁对照品适量，精密称定，加甲醇适量溶解后，用上述磷酸盐缓冲液稀释制成每1ml中含0.05mg的对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

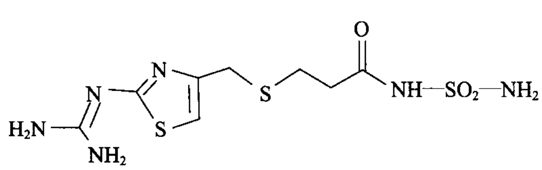
【类别】　同法莫替丁。

【规格】　20mg

【贮藏】　遮光，密闭保存。

附：

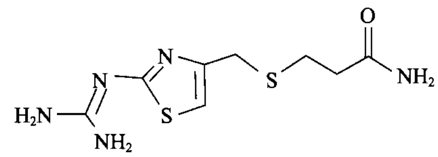
杂质Ⅰ



分子式：$C_8H_{14}N_6O_3S_3$；分子量：338

3-[[[2-[(二氨基亚甲基)氨基-4-噻唑基]-甲基]硫代]丙酰基]磺酰胺

杂质Ⅱ



分子式：$C_8H_{13}N_5OS_2$；分子量：259

3-[[[2-[(二氨基亚甲基)氨基-4-噻唑基]-甲基]硫代]丙酰胺

注射用法莫替丁

Zhusheyong Famotiding

Famotidine for Injection

本品为法莫替丁的无菌冻干品。按平均装量计算，含法莫替丁($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**溶液的澄清度与颜色**　取本品5支，分别加水2ml使溶解，溶液均应澄清无色。

酸度　取本品1支，加水20ml，振摇使溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为4.5～6.0。

有关物质　取装量差异项下的内容物适量，精密称定，加含量测定项下的磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每1ml中含法莫替丁0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用上述磷酸盐缓冲液稀释制成每1ml中约含法莫替丁5μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，以含量测定项下的流动相为流动相A，乙腈为流动相B，按下表进行线性梯度洗脱。精密量取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的10%。再精密量取上述两种溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（1.5%）。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	100	0
15	100	0
42	52	48
43	100	0
48	100	0

干燥失重　取本品约0.3g，精密称定，在80℃减压干燥至恒重，减失重量不得过2.0%(附录Ⅷ L)。

细菌内毒素　取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg法

莫替丁中含内毒素的量应小于 5.0EU。

无菌 取本品,每支用 0.9%无菌氯化钠溶液 3ml 溶解,经薄膜过滤法处理,用 0.1%蛋白胨溶液 100ml 冲洗 1 次,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(推荐色谱柱为:Kromasil C_{18},250mm×4.6mm,5μm 或效能相当的色谱柱);以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠 13.6g,加水 900ml 使溶解,用冰醋酸调节 pH 值至 6.0±0.1,加水至 1000ml)-乙腈(93∶7)为流动相;检测波长为 270nm;流速为每分钟 1.5ml;柱温为 35℃。取法莫替丁约 25mg,加乙腈 2ml、磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠 13.6g,加水 900ml 使溶解,用氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.0±0.1,加水至 1000ml,取 930ml 与乙腈 70ml 混合,即得)2ml 使溶解,加 0.5mol/L 盐酸溶液 3ml,40℃水浴加热 5 分钟,加 0.5mol/L 氢氧化钠溶液 3ml,再加 1mol/L 氢氧化钠溶液 5ml,60℃水浴加热 5 分钟,加 1mol/L 盐酸溶液 5ml,用磷酸盐缓冲液稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液作为系统适用性溶液。取 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图,调节流动相比例,使法莫替丁色谱峰的保留时间约为 10 分钟,杂质Ⅰ峰和杂质Ⅱ峰相对法莫替丁峰的保留时间约为 0.7 和 1.2。理论板数按法莫替丁峰计算不低于 5000,法莫替丁峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下内容物,混匀,精密称取适量(约相当于法莫替丁 25mg),置 50ml 量瓶中,加上述磷酸盐缓冲液溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶,用上述磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图。另取法莫替丁对照品适量,精密称定,加甲醇适量溶解后,用上述磷酸盐缓冲液稀释制成每 1ml 中含 0.05mg 的溶液,作为对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

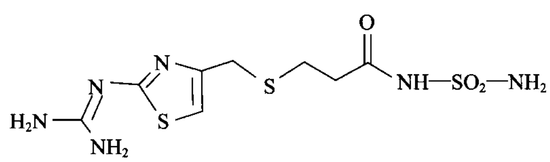
【类别】 同法莫替丁。

【规格】 20mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

附:

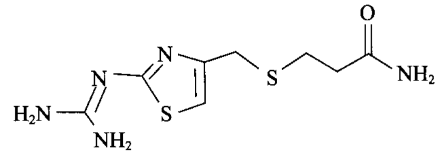
杂质Ⅰ



分子式:$C_8H_{14}N_6O_3S_3$;分子量:338

3-[[[2-[(二氨基亚甲基)氨基-4-噻唑基]-甲基]硫代]丙酰基]磺酰胺

杂质Ⅱ



分子式:$C_8H_{13}N_5OS_2$;分子量:259

3-[[[2-[(二氨基亚甲基)氨基-4-噻唑基]-甲基]硫代]丙酰胺

法莫替丁钙镁咀嚼片

Famotiding Gai Mei Jujuepian

Famotidine, Calcium Carbonate and Magnesium Hydroxide Chewable Tablets

本品每片含法莫替丁($C_8H_{15}N_7O_2S_3$)、碳酸钙($CaCO_3$)与氢氧化镁[$Mg(OH)_2$]均应为标示量的 90.0%~110.0%。

【处方】

	处方 1	处方 2
法莫替丁	10g	5g
碳酸钙	800g	400g
氢氧化镁	165g	82.5g
辅料	适量	适量
制成	1000 片	1000 片

【性状】 本品为白色至粉色片。

【鉴别】 (1)取含量均匀度项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 266nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定法莫替丁项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的水溶液显钙盐、碳酸盐(1)和镁盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】有关物质 取含量测定项下的细粉,精密称定,加含量测定法莫替丁项下的磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每 1ml 中含法莫替丁 0.5mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用上述磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定法莫替丁项下的色谱条件,以含量测定法莫替丁项下的流动相为流动相 A,乙腈为流动相 B;按下表进行线性梯度洗脱。取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 10%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,除与主成分峰的相对保留时间小于 0.2 的色谱峰不计外,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
15	100	0
42	52	48
43	100	0
48	100	0

含量均匀度 取本品1片,置100ml量瓶中,加pH 4.5磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾13.6g,加水溶解并稀释至1000ml,摇匀,调节pH值至4.5)40ml,冷水浴中超声使溶解,用pH 4.5磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液10ml,置100ml量瓶(处方1)或50ml量瓶(处方2)中,用pH 4.5磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在266nm的波长处测定吸光度;另取法莫替丁对照品适量,精密称定,加pH 4.5磷酸盐缓冲液溶解并稀释制成每1ml中含10μg的溶液,同法测定,计算每片法莫替丁的含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

制酸力 取本品细粉适量(约相当于碳酸钙66.7mg),精密称定,置250ml具塞锥形瓶中,精密加盐酸滴定液(0.1mol/L)50ml,在37℃不断振摇30分钟,放冷,加溴酚蓝指示液0.5ml,用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液呈蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每片消耗盐酸滴定液(0.1mol/L)应不少于195ml(处方1)或97.5ml(处方2)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 **法莫替丁** 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(推荐色谱柱为:Kromasil C_{18},250mm×4.6mm,5μm或效能相当的色谱柱);以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠13.6g,加水900ml使溶解,用冰醋酸调节pH值至6.0±0.1,加水至1000ml)-乙腈(93:7)为流动相;检测波长为270nm;流速为每分钟1.5ml;柱温为35℃。取法莫替丁约25mg,加乙腈2ml、磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钠13.6g,加水900ml使溶解,用氢氧化钠溶液调节pH值至7.0±0.1,加水至1000ml,取930ml与乙腈70ml混合,即得)2ml使溶解,加0.5mol/L盐酸溶液3ml,40℃水浴中加热5分钟,加0.5mol/L氢氧化钠溶液3ml,再加1mol/L氢氧化钠溶液5ml,60℃水浴中加热5分钟,加1mol/L盐酸溶液5ml,用磷酸盐缓冲液稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液作为系统适用性溶液。取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,调节流动相比例,使法莫替丁色谱峰的保留时间约为10分钟,杂质Ⅰ峰和杂质Ⅱ峰相对法莫替丁峰的保留时间约为0.7和1.2。理论板数按法莫替丁峰计算不低于5000,法莫替丁峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于法莫替丁10mg),置200ml量瓶中,加甲醇60ml,在冷水浴中超声使溶解,放冷,用上述磷酸盐缓冲液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取法莫替丁对照品适量,精密称定,加甲醇适量溶解后,用上述磷酸盐缓冲液稀释制成每1ml中含0.05mg的对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

碳酸钙 精密称取含量测定法莫替丁项下的细粉适量(约相当于碳酸钙800mg),置200ml量瓶中,加少量水湿润,加稀盐酸15ml使碳酸钙溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液25ml,置锥形瓶中,加水10ml与10%氢氧化钾溶液5ml使pH值大于12,加钙紫红素指示剂0.1g,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。每1ml的乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于5.005mg的$CaCO_3$。

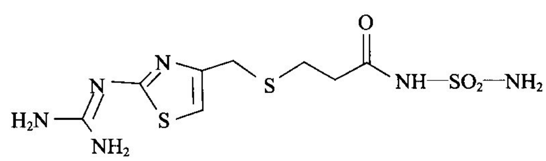
氢氧化镁 精密量取含量测定碳酸钙项下的续滤液25ml,置锥形瓶中,加水10ml,用氨试液调节pH值至7,加氨-氯化铵缓冲液(pH 10.0)5ml,加铬黑T指示剂0.1g,用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液由红色变为纯蓝色,由消耗乙二胺四醋酸二钠滴定液的体积减去$CaCO_3$所消耗的体积即为$Mg(OH)_2$消耗乙二胺四醋酸二钠的量。每1ml乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于2.916mg的$Mg(OH)_2$。

【类别】 同法莫替丁。

【贮藏】 遮光,密封保存。

附:

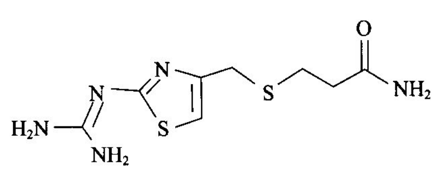
杂质Ⅰ



分子式:$C_8H_{14}N_6O_3S_3$;分子量:338

3-[[[2-[(二氨基亚甲基)氨基-4-噻唑基]-甲基]硫代]丙酰基]磺酰胺

杂质Ⅱ



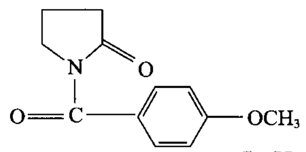
分子式:$C_8H_{13}N_5OS_2$;分子量:259

3-[[[2-[(二氨基亚甲基)氨基-4-噻唑基]-甲基]硫代]丙酰胺

茴拉西坦

Huilaxitan

Aniracetam



$C_{12}H_{13}NO_3$　219.24

本品为1-(4-甲氧基苯甲酰基)-2-吡咯烷酮。按干燥品计算,含$C_{12}H_{13}NO_3$应为98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,味苦。

本品在三氯甲烷中易溶,在丙酮或乙酸乙酯中溶解,在无水乙醇中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为118～122℃。

吸收系数 取本品适量,精密称定,加无水乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在282nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为476～506。

【鉴别】 (1)取本品约50mg,置试管中,加硫酸2ml使溶解,溶液显淡黄色,加水2ml,加亚硝酸钠试液数滴,振摇10～15分钟,生成白色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集769图)一致。

【检查】 **有关物质** 取本品约10mg,加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含2μg的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,检测波长为254nm。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%;精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积的5倍(1.0%)。

残留溶剂 乙醇与甲苯　取本品约0.1g,精密称定,置20ml顶空瓶中,精密加入*N*,*N*-二甲基甲酰胺1ml使溶解,密封,摇匀,作为供试品溶液;分别取乙醇、甲苯适量,精密称定,加*N*,*N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中分别含乙醇500μg、甲苯89μg的溶液,精密量取1ml,置20ml顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定,以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱;起始温度40℃,维持5分钟,以每分钟20℃的速率升温至160℃,维持5分钟,检测器温度为240℃;进样口温度为220℃;顶空瓶平衡温度为100℃,平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样,记录色谱图,乙醇峰与甲苯峰之间的分离度应符合要求。取供试品溶液和对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在60℃减压干燥4小时,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(35:65)为流动相;检测波长为283nm。取茴拉西坦50mg,置50ml比色管中,加甲醇5ml,置70℃水浴中加热1小时,放冷,用流动相稀释制成每1ml中含1mg的溶液,取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图,茴拉西坦峰与降解产物峰(相对保留时间约为0.88)之间的分离度应符合要求。理论板数按茴拉西坦峰计算不低于1500。

测定法 取本品适量,精密称定,加流动相使溶解并定量稀释制成每1ml中含0.08mg的溶液,作为供试品溶液。精密量取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取茴拉西坦对照品,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 脑功能改善药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)茴拉西坦分散片　(2)茴拉西坦胶囊　(3)茴拉西坦颗粒

茴拉西坦分散片

Huilaxitan Fensanpian

Aniracetam Dispersible Tablets

本品含茴拉西坦($C_{12}H_{13}NO_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于茴拉西坦50mg),加三氯甲烷5ml,振摇使茴拉西坦溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照茴拉西坦项下的鉴别(1)试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于茴拉西坦10mg),加流动相溶解并稀释制成每1ml中含茴拉西坦1mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含茴拉西坦5μg的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,检测波长为254nm。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至

主成分峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以盐酸溶液(9→1000)1000ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml，滤过，精密量取续滤液，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含茴拉西坦10μg的溶液，摇匀，作为供试品溶液；另取茴拉西坦对照品适量，精密称定，加乙醇10ml使溶解，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在282nm的波长处测定吸光度；计算每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水(35：65)为流动相；检测波长为283nm。取茴拉西坦50mg，置50ml比色管中，加甲醇5ml，置70℃水浴中加热1小时，放冷，用流动相稀释制成每1ml中含茴拉西坦1mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图，茴拉西坦峰与降解产物峰(相对保留时间约为0.88)之间的分离度应符合要求。理论板数按茴拉西坦峰计算不低于1500。

测定法　取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含茴拉西坦0.08mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液，精密量取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取茴拉西坦对照品，精密称定，加流动相使溶解并定量稀释制成每1ml中含0.08mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同茴拉西坦。

【规格】　0.1g

【贮藏】　遮光，密封保存。

茴拉西坦胶囊

Huilaxitan Jiaonang

Aniracetam Capsules

本品含茴拉西坦($C_{12}H_{13}NO_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】　本品内容物为白色或类白色粉末。

【鉴别】　(1)取本品内容物适量(约相当于茴拉西坦50mg)，加三氯甲烷5ml，振摇，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣照茴拉西坦项下的鉴别(1)试验，显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**有关物质**　取本品内容物适量(约相当于茴拉西坦10mg)，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含茴拉西坦1mg的溶液，滤过，续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含茴拉西坦5μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，检测波长为254nm。取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以盐酸溶液(9→1000)900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经45分钟时，取溶液20ml，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在282nm的波长处测定吸光度；另取茴拉西坦对照品适量，加乙醇适量使溶解，用溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，同法测定吸光度，计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水(35：65)为流动相；检测波长为283nm。取茴拉西坦50mg，置50ml比色管中，加甲醇5ml，置70℃水浴中加热1小时，放冷，用流动相稀释制成每1ml中含茴拉西坦1mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图，茴拉西坦峰与降解产物峰(相对保留时间约为0.88)之间的分离度应符合要求。理论板数按茴拉西坦峰计算不低于1500。

测定法　取装置差异项下的内容物适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含茴拉西坦0.08mg的溶液，滤过，续滤液作为供试品溶液。精密量取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取茴拉西坦对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.08mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同茴拉西坦。

【规格】　(1)0.1g　(2)0.2g

【贮藏】　遮光，密封保存。

茴拉西坦颗粒

Huilaxitan keli

Aniracetam Granules

本品含茴拉西坦($C_{12}H_{13}NO_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品应为白色或类白色颗粒或混悬颗粒。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于茴拉西坦50mg),加三氯甲烷5ml,振摇使茴拉西坦溶解,滤过,滤液置水浴上蒸干,残渣照茴拉西坦项下的鉴别(1)试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于茴拉西坦10mg),加流动相溶解并稀释制成每1ml中含茴拉西坦1mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置200ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,检测波长为254nm。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

干燥失重 取本品在80℃减压干燥至恒重,减失重量不得过2.0%(附录Ⅷ L)。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ N)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(35:65)为流动相;检测波长为283nm。取茴拉西坦50mg,置50ml比色管中,加甲醇5ml,置70℃水浴中加热1小时,放冷,用流动相稀释制成每1ml中含茴拉西坦1mg的溶液,取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图,茴拉西坦峰与降解产物峰(相对保留时间约为0.88)之间的分离度应符合要求。理论板数按茴拉西坦峰计算不低于1500。

测定法 取本品细粉适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含茴拉西坦0.08mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液。精密量取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取茴拉西坦对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.08mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同茴拉西坦。

【规格】 0.1g

【贮藏】 遮光,密封保存。

茶碱缓释胶囊

Chajian Huanshi Jiaonang

Theophylline Sustained-release Capsules

本品含茶碱按无水物($C_7H_8N_4O_2$)计算应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为胶囊剂,内容物为类白色的球形小丸。

【鉴别】 (1)取本品内容物的细粉适量(约相当于茶碱0.5g),加热水15ml,振摇,滤过,滤液蒸干,取残留物约10mg,加水5ml溶解,加氨-氯化铵缓冲液(pH 8.0)3ml,再加铜吡啶试液1ml,摇匀后,加三氯甲烷5ml,振摇,三氯甲烷层显绿色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取装量差异项下的内容物,研细,取细粉适量(约相当于无水茶碱0.1g),置50ml量瓶中,加流动相适量,超声30分钟,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置200ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

释放度 取本品,照释放度测定法(附录Ⅹ D第一法),采用溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法装置),以磷酸盐缓冲液(pH 3.0)[取磷酸二氢钾6.804g,加水溶解使成1000ml,用磷酸调节pH值至3.0,即得]900ml为释放介质,转速为每分钟50转,依法操作,经1、2与3.5小时时,分别取溶液10ml,滤过,并即时补充相同温度、相同体积的释放介质;分别精密量取各续滤液适量,用0.01mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含5~10μg的溶液。在3.5小时取样后,立即在操作容器中用5.3mol/L的氢氧化钠溶液调节释放介质的pH值至7.4。经5小时时,取溶液10ml滤过,精密量取续滤液适量,用0.01mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液。取上述各溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在271nm的波长处分别测定吸光度;另精密称取茶碱对照品约0.1g,置100ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液10ml溶解并用水稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用0.01mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定吸光度,分别计算每粒在不同时间的释放量。本品每粒在1、2、3.5和5小时时的释放量应分别为标示量的13%~38%、25%~50%、37%~65%和85%以上,均应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠1.36g,加水100ml使溶解,加冰醋酸5ml,再加水稀释至1000ml,摇匀)-乙腈(93:7)为流动相;检测波长为271nm;取茶碱和可可碱适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中各含10μg的混合溶液,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图。理论板数按茶碱峰计算不低于5000,可可碱峰与茶碱峰之间的分离度应大于2.0。

测定法　取装量差异项下的内容物，研细，精密称取适量(约相当于无水茶碱0.1g)，置100ml量瓶中，加流动相适量，超声30分钟，使茶碱溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取茶碱对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同茶碱。

【规格】　按$C_7H_8N_4O_2$计　(1)0.1g　(2)0.2g

【贮藏】　密封保存。

茶碱缓释胶囊(Ⅱ)

Chajian Huanshi Jiaonang(Ⅱ)

Theophylline Sustained-release Capsules(Ⅱ)

本品含茶碱按无水物($C_7H_8N_4O_2$)计算应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为胶囊剂，内容物为白色的球形小丸。

【鉴别】　(1)取本品内容物的细粉适量(约相当于茶碱0.5g)，加热水15ml，振摇，滤过，滤液蒸干，取残留物约10mg，加水5ml溶解，加氨-氯化铵缓冲液(pH 8.0)3ml，再加铜吡啶试液1ml，摇匀后，加三氯甲烷5ml，振摇，三氯甲烷层显绿色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**有关物质**　取装量差异项下的内容物，研细，取细粉适量(约相当于无水茶碱0.1g)，置50ml量瓶中，加流动相适量，超声30分钟，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取1ml，置200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

释放度　取本品，照释放度测定法(附录Ⅹ D第一法)，采用溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法装置)，以磷酸盐缓冲液(pH 3.0)[取磷酸二氢钾6.804g，加水溶解使成1000ml，用磷酸调节pH值至3.0，即得]900ml为释放介质，转速为每分钟100转，依法操作，经2小时时，取溶液5ml，滤过，并即时补充相同温度、相同体积的水。经3.5小时时，立即在操作容器中用5.3mol/L的氢氧化钠溶液调节释放介质pH值至7.4。经6、12小时时，分别取溶液5ml，滤过，并即时补充相同温度、相同体积的水。分别精密量取续滤液适量，用水稀释成每1ml中约含茶碱7μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在272nm的波长处测定吸光度；另精密称取茶碱对照品适量，加水温热溶解，并定量稀释制成每1ml中约含茶碱7μg的溶液，同法测定吸光度。分别计算每粒在不同时间点的释放量。本品每粒在2、6与12小时时的释放量应分别为标示量的16%～34%、55%～82%和80%以上，均应符合规定。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以醋酸盐缓冲液(取醋酸钠1.36g，加水100ml使溶解，加冰醋酸5ml，再加水稀释至1000ml，摇匀)-乙腈(93∶7)为流动相；检测波长为271nm；取茶碱和可可碱适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中各含10μg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按茶碱峰计算应不低于5000，可可碱峰与茶碱峰之间的分离度应大于2.0。

测定法　取装量差异项下的内容物，研细，精密称取适量(约相当于无水茶碱0.1g)，置100ml量瓶中，加流动相适量，超声30分钟，使茶碱溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取茶碱对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同茶碱。

【规格】　按$C_7H_8N_4O_2$计　(1)0.1g　(2)0.3g

【贮藏】　密封保存。

药 用 炭 胶 囊

Yaoyongtan Jiaonang

Medicinal Charcoal Capsules

【性状】　本品为胶囊剂，内容物为黑色粉末或颗粒。

【鉴别】　取本品内容物0.1g，置耐热玻璃管中，在缓缓通入氧气的同时，在放置样品的玻璃管处，用酒精灯加热灼烧(注意不应产生明火)，产生的气体通入氢氧化钙试液中，即生成白色沉淀。

【检查】　**吸着力**　(1)取干燥至恒重的本品内容物1.0g，加0.12%硫酸奎宁溶液100ml，在室温不低于于20℃下，用力振摇5分钟，立即用干燥的中速滤纸滤过，取续滤液10ml，加盐酸1滴与碘化汞钾试液5滴，不得发生浑浊。

(2)精密量取0.1%亚甲蓝溶液各50ml，分别置两个100ml具塞量筒中，一筒中加干燥至恒重的本品0.25g，密塞，在室温不低于20℃下，强力振摇5分钟，将两筒中的溶液分

别用干燥的中速滤纸滤过，精密量取续滤液各25ml，分别置两个250ml量瓶中，各加10%醋酸钠溶液50ml，摇匀后，在不断旋动下，精密加碘滴定液(0.05mol/L)35ml，密塞，摇匀，放置，每隔10分钟强力振摇1次，50分钟后，用水稀释至刻度，摇匀，放置10分钟，分别用干燥滤纸滤过，精密量取续滤液各100ml，分别用硫代硫酸钠滴定液(0.1 mol/L)滴定。两者消耗碘滴定液(0.05mol/L)的差数不得少于1.2ml。

装量差异　照胶囊剂装量差异检查法(附录Ⅰ E)，每粒的装量与标示量相比较，装量差异限度为±10%，应符合规定。

微生物限度　应符合规定(附录Ⅺ J)。

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【类别】　吸附药。

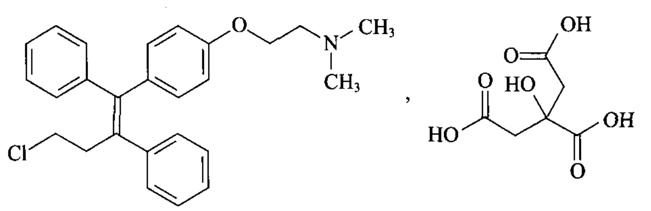
【规格】　0.3g

【贮藏】　密封保存。

枸橼酸托瑞米芬

Juyuansuan Tuoruimifen

Toremifene Citrate



$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$　598.10

本品为2-{*p*-[(*Z*)-4-氯-1,2-二苯基-1-丁烯基]苯氧基}-*N*,*N*-二甲基乙胺枸橼酸盐。按干燥品计算，含$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$不得少于98.5%。

【性状】　本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭。

本品在甲醇或乙醇中微溶，在丙酮中极微溶解，在水中几乎不溶；在冰醋酸中易溶。

熔点　本品的熔点(附录Ⅵ C)为159～163℃，熔融同时分解。

吸收系数　取本品，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含12μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在237nm的波长处测定吸光度，吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为335～356。

【鉴别】　(1)取吸收系数项下的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在237nm的波长处有最大吸收，在221nm的波长处有最小吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集795图)一致。

(3)本品显枸橼酸盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】　**有关物质**　取本品，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1.0mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每1ml中含10μg的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水-三乙胺(930：69：1)为流动相；检测波长为240nm。理论板数按托瑞米芬峰计算不低于1500。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%；再精密量取上述两种溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

***E*异构体**　取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含2.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)，用三十碳烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.5%三乙胺溶液(用磷酸调节pH值至3.0)-乙腈-四氢呋喃(55：40：5)为流动相；检测波长为240nm。取枸橼酸托瑞米芬异构体混合物(约含*E*、*Z*异构体各50%)适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中各含1mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图。出峰顺序依次为*E*、*Z*异构体，两峰之间的分离度应符合规定。取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%；再精密量取供试品溶液和对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液中*E*异构体的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)。

干燥失重　取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过1.0%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】　取本品约0.45g，精密称定，加冰醋酸50ml溶解后，加结晶紫指示液1滴，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝绿色，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于59.81mg的$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$。

【类别】　抗肿瘤药。

【贮藏】　密封保存。

【制剂】　枸橼酸托瑞米芬片

枸橼酸托瑞米芬片

Juyuansuan Tuoruimifen Pian

Toremifene Citrate Tablets

本品含枸橼酸托瑞米芬按托瑞米芬($C_{26}H_{28}ClNO$)计算，

应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量,加流动相制成每1ml中约含托瑞米芬10μg的溶液,滤过,取滤液作为供试品溶液;另取枸橼酸托瑞米芬对照品,加流动相制成每1ml中含托瑞米芬10μg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照有关物质项下的色谱条件试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在237nm的波长处有最大吸收,在221nm的波长处有最小吸收。

(3)取本品细粉适量(约相当于枸橼酸10mg),加水2ml,振摇,滤过,滤液应显枸橼酸盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 取本品的细粉适量,加流动相制成每1ml中约含枸橼酸托瑞米芬1.0mg的供试品溶液与每1ml中约含枸橼酸托瑞米芬10μg的对照溶液。照枸橼酸托瑞米芬有关物质项下的方法试验,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

***E*异构体** 取本品的细粉适量(约相当于枸橼酸托瑞米芬25mg),置10ml量瓶中,加流动相适量,超声处理使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,作为对照溶液。照枸橼酸托瑞米芬*E*异构体项下的方法试验,*E*异构体的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以0.02mol/L盐酸溶液1000ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经30分钟时,取溶液10ml,滤过,精密量取续滤液5ml,置25ml量瓶中,用0.02mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取枸橼酸托瑞米芬对照品,精密称定,加少量甲醇溶解后,用0.02mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含托瑞米芬8μg的溶液,作为对照品溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在234nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品10片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于托瑞米芬20mg),置100ml量瓶中,加甲醇适量,振摇,使枸橼酸托瑞米芬溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液2ml,置50ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在237nm的波长处测定吸光度;另取枸橼酸托瑞米芬对照品,同法测定,计算,并将结果乘以0.6790,即得。

【类别】 同枸橼酸托瑞米芬。

【规格】 40mg(以托瑞米芬计)

【贮藏】 密封保存。

注射用哌拉西林钠舒巴坦钠

Zhusheyong Pailaxilinna Shubatanna

Piperacillin Sodium and Sulbactam Sodium for Injection

本品为哌拉西林钠和舒巴坦钠[哌拉西林($C_{23}H_{27}N_5O_7S$)和舒巴坦($C_8H_{11}NO_5S$)标示量之比为4∶1]均匀混合的无菌粉末。按无水物计算,含哌拉西林($C_{23}H_{27}N_5O_7S$)和舒巴坦($C_8H_{11}NO_5S$)分别不得少于70.0%和17.0%。按平均装量计算,含哌拉西林($C_{23}H_{27}N_5O_7S$)和舒巴坦($C_8H_{11}NO_5S$)均应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末或结晶性粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液中相应两个主峰的保留时间一致。

(2)本品显钠盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度** 取本品,加水制成每1ml中含哌拉西林0.1g的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为4.5～6.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品5瓶,分别按标示量加水制成每1ml中含哌拉西林0.1g的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色3号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

有关物质 取本品适量(约相当于哌拉西林0.2g),置100ml量瓶中,加溶剂[3.12%磷酸二氢钠溶液-乙腈(75∶25)]溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取2ml,置100ml量瓶中,用上述溶剂稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(250mm×4.6mm,5μm);以四丁基氢氧化铵溶液[水-3.12%磷酸二氢钠溶液-8%四丁基氢氧化铵溶液(576∶200∶24)(用磷酸调节pH值至5.5)]-乙腈(800∶200)为流动相A;以四丁基氢氧化铵溶液[水-3.12%磷酸二氢钠溶液-8%四丁基氢氧化铵溶液(126∶200∶24)(用磷酸调节pH值至5.5)]-乙腈(350∶650)为流动相B;按下表进行线性梯度洗脱;柱温为40℃;检测波长为220nm。另取氨苄西林对照品、舒巴坦对照品、哌拉西林对照品各适量,加上述溶剂溶解并稀释制成每1ml中各含0.2mg的混合溶液,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,哌拉西林峰保留时间约为30分钟,氨苄西林峰与舒巴坦峰之间的分离度应大于10。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使哌拉西林峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对

照溶液两个主峰面积之和(2.0%),各杂质峰面积之和不得大于对照溶液两个主峰面积之和的2倍(4.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	100	0
5	88	12
30	88	12
60	0	100
65	0	100
70	100	0
75	100	0

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过2.0%。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg本品中含内毒素的量应小于0.06EU。

无菌 取本品,加pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液溶解并稀释制成每1ml中含37.5mg的溶液,用薄膜过滤法处理,每膜用600ml上述缓冲液分次冲洗,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.005mol/L四丁基氢氧化铵溶液(取10%四丁基氢氧化铵溶液26.4ml,加水稀释至1800ml,用1mol/L磷酸溶液调节pH值至4.0,再加水稀释至2000ml,摇匀)-乙腈(1350∶650)为流动相;检测波长为230nm。取系统适用性溶液(取舒巴坦对照品3mg,加0.01mol/L氢氧化钠溶液10ml溶解后,放置30分钟,用1mol/L磷酸溶液调节pH值至4.0,量取5ml,置内有哌拉西林12mg和舒巴坦3mg的25ml量瓶中,振摇使溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀)20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图,出峰顺序依次为舒巴坦的碱性降解产物、舒巴坦和哌拉西林。舒巴坦峰与其碱性降解产物峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含哌拉西林1.0mg的溶液,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取哌拉西林对照品和舒巴坦对照品各适量,同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中$C_{23}H_{27}N_5O_7S$和$C_8H_{11}NO_5S$的含量。

【类别】 抗生素类药。

【规格】 (1)1.25g(含$C_{23}H_{27}N_5O_7S$ 1.0g和$C_8H_{11}NO_5S$ 0.25g) (2)2.5g(含$C_{23}H_{27}N_5O_7S$ 2.0g和$C_8H_{11}NO_5S$ 0.5g) (3)5.0g($C_{23}H_{27}N_5O_7S$ 4.0g和$C_8H_{11}NO_5S$ 1.0g)

【贮藏】 密闭,在凉暗干燥处保存。

氟胞嘧啶片

Fubaomiding Pian

Flucytosine Tablets

本品含氟胞嘧啶($C_4H_4FN_3O$)应为标示量的93.0%~107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于氟胞嘧啶0.1g),加水10ml,振摇使氟胞嘧啶溶解,滤过,取滤液5ml,加溴试液数滴,同时以空白对照,供试品溶液中溴的颜色应消失或显著浅于空白。

(2)取本品细粉与氟胞嘧啶对照品各适量,分别加有关物质项下的流动相溶解并稀释制成每1ml中含氟胞嘧啶0.1mg的溶液,作为供试品溶液与对照品溶液,照有关物质项下的色谱条件试验,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在286nm的波长处有最大吸收,在245nm的波长处有最小吸收。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含氟胞嘧啶1.0mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取氟尿嘧啶对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,作为对照品溶液;精密量取供试品溶液与对照品溶液各1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以水(用0.05mol/L磷酸溶液调节pH值至3.5)-甲醇(95∶5)为流动相,检测波长为265nm,理论板数按氟胞嘧啶峰计算不低于2000,氟胞嘧啶峰与氟尿嘧啶峰之间的分离度应符合要求。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使氟胞嘧啶峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍。供试品溶液的色谱图中如有与氟尿嘧啶保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含氟尿嘧啶不得过标示量的0.2%,其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中氟胞嘧啶峰的峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以水1000ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经45钟时,取溶液滤过,取续滤液用水定量稀释制成每1ml中约含氟胞嘧啶10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在276nm的波长处测定吸光度;另取氟胞嘧啶对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品20片(0.25g规格)或10片(0.5g规格),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于氟胞嘧啶0.1g),置250ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液约150ml,振摇使氟胞嘧啶溶解,并用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置200ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在286nm的波长处测定吸光度;另取氟胞嘧啶对照品适量,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定,计算,即得。

【类别】 同氟胞嘧啶。

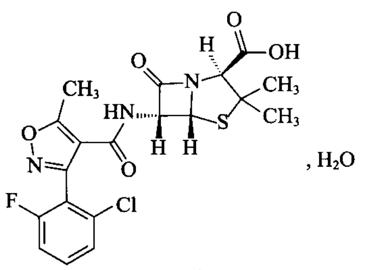
【规格】 (1) 0.25g (2) 0.5g

【贮藏】 遮光,密封保存。

氟氯西林钠

Fulüxilinna

Flucloxacillin Sodium



$C_{19}H_{16}ClFN_3NaO_5S \cdot H_2O$ 493.9

本品为(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[[[3-(2-氯-6-氟苯基)-5-甲基异噁唑-4-基]羰基]氨基]-3,3-二甲基-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂二环[3.2.0]庚烷-2-甲酸钠一水合物。按无水物计算,含氟氯西林($C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$)不得少于91.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;有引湿性。

本品在水中极易溶,在甲醇中易溶,在乙醇中溶解。

比旋度 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为+158°至+168°。

【鉴别】 (1)取本品约2mg,加水0.05ml和硫酸-甲醛试液(取甲醛溶液2ml,加硫酸100ml,混匀)2ml,混匀,溶液显黄绿色,在水浴中加热1分钟,溶液变黄色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(4)本品显钠盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **结晶性** 取本品少许,依法检查(附录Ⅸ D),应符合规定。

酸度 取本品,加水制成每1ml中含氟氯西林0.1g的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.0～7.0。

溶液的澄清度 取本品5份,各0.6g,分别加水5ml溶解后,溶液应澄清;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓。

吸光度 取本品,加水制成每1ml中含氟氯西林0.1g的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅸ A),在430nm的波长处测定,吸光度不得大于0.04。

有关物质 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含氟氯西林1.0mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;精密量取对照溶液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含0.5μg的溶液,作为灵敏度试验溶液。照含量测定项下的色谱条件试验,量取灵敏度试验溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,主成分峰峰高的信噪比应大于5。精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的6倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍(5.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

残留溶剂 丙酮、乙酸乙酯、乙醇与甲醇 取本品约0.3g,精密称定,置顶空瓶中,精密加水3ml使溶解,密封,作为供试品溶液;分别精密称取各溶剂对照品适量,加水定量稀释制成每1ml中分别含丙酮0.5mg、乙酸乙酯0.5mg、乙醇0.5mg与甲醇0.3mg的混合溶液,精密量取3ml,置顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)试验,以100%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,起始温度40℃,维持6分钟,再以每分钟20℃的速率升温至120℃,维持5分钟;进样口温度为200℃,检测器温度为250℃;顶空瓶平衡温度为80℃,平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样,记录色谱图,按甲醇、乙醇、丙酮和乙酸乙酯顺序出峰,各成分峰之间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,含丙酮、乙酸乙酯、乙醇与甲醇均应符合规定。

二甲基甲酰胺 取本品约0.3g,精密称定,加二甲亚砜溶解并定量稀释制成每1ml中约含30mg溶液,摇匀,作为供试品溶液;精密称取二甲基甲酰胺对照品适量,加二甲亚砜定量稀释制成每1ml中含26μg的溶液,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)试验,以5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱,柱温度为100℃;进样口温度为200℃;检测器温度为250℃,精密量取供试品溶液和对照品溶液各1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,应符合规定。

2-乙基己酸 取本品,依法测定(附录Ⅶ L),不得过0.8%。

水分 取本品约0.3g,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法

A)测定,含水分应为3.0%~4.5%。

可见异物 取本品5份,各1.0g,加微粒检查用水溶解,依法检查(附录Ⅸ H),应符合规定(供注射用)。

不溶性微粒 取本品3份,加微粒检查用水制成每1ml中约含50mg的溶液,依法检查(附录Ⅸ C),每1.0g样品中,含10μm及10μm以上微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒(供注射用)。

重金属 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ H第一法),含重金属不得过百万分之二十。

细菌内毒素 取本品,依法检测(附录Ⅺ E),每1mg氟氯西林中含内毒素的量应小于0.35EU(供注射用)。

无菌 取本品,用适宜的溶剂溶解后,转移至不少于500ml的0.9%无菌氯化钠溶液中,用薄膜过滤法处理后,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定(供注射用)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-2.7g/L磷酸二氢钾溶液(用氢氧化钠溶液调节pH 5.0)(25∶75)为流动相,检测波长为225nm。取氟氯西林对照品和氯唑西林对照品各约5mg,置50ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,氟氯西林峰与氯唑西林峰之间的分离度应不小于2.5。

测定法 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含氟氯西林0.1mg的溶液,摇匀,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取氟氯西林对照品适量,同法测定,按外标法以峰面积计算供试品中$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$含量。

【类别】 β-内酰胺类抗生素,青霉素类。

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

【制剂】 (1)氟氯西林钠胶囊 (2)注射用氟氯西林钠 (3)注射用阿莫西林钠氟氯西林钠

氟氯西林钠胶囊

Fulüxilinna Jiaonang

Flucloxacillin Sodium Capsules

本品含氟氯西林钠按氟氯西林($C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$)计算,应为标示量的92.5%~107.5%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色结晶性粉末。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取装量差异项下的内容物适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含氟氯西林1mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件试验,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍(5.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的杂质峰忽略不计。

水分 取本品内容物,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过5.0%。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经20分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含氟氯西林140μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在273nm的波长处测定吸光度;另取氟氯西林对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含140μg的溶液,同法测定,计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-2.7g/L磷酸二氢钾溶液(用氢氧化钠溶液调节pH值至5.0)(25∶75)为流动相;检测波长为225nm;取氟氯西林对照品和氯唑西林对照品各约5mg,置同一50ml量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,两峰之间分离度应不小于2.5;理论板数按氟氯西林峰计算不低于2000。

测定法 取装量差异项下内容物,混匀,精密称取适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含氟氯西林0.1mg的溶液,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取氟氯西林对照品适量,精密称定,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含氟氯西林0.1mg的溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同氟氯西林钠。

【规格】 0.25g(按$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$计)

【贮藏】 密封,在凉暗干燥处保存。

注射用氟氯西林钠

Zhusheyong Fulüxilinna

Flucloxacillin Sodium for Injection

本品为氟氯西林钠的无菌粉末。按无水物计算,含氟氯西林($C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$)不得少于91.0%;按平均装量计算,含氟氯西林($C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$)应为标示量的95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

【鉴别】 照氟氯西林钠鉴别项下方法试验，显相同的结果。

【检查】 **溶液的澄清度与颜色** 取本品5瓶，按标示量分别加水制成每1ml中含0.1g的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，均不得更浓；如显色，与黄色或黄绿色2号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较，均不得更深。

不溶性微粒 取本品，按标示量加微粒检查用水制成每1ml中约含50mg的溶液，依法检查((附录Ⅸ C)，标示量为1.0g以下的折算为每1.0g样品中含10μm及10μm以上微粒不得过6000粒，含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒；标示量为1.0g以上(包括1.0g)的每个供试品容器中含10μm及10μm以上微粒不得过6000粒，含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒。

酸度、有关物质、水分、细菌内毒素与无菌 照氟氯西林钠项下的方法检查，均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物，照氟氯西林钠项下的方法测定，即得。

【类别】 同氟氯西林钠。

【规格】 按$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$计算 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g

【贮藏】 密封，在凉暗干燥处保存。

注射用阿莫西林钠氟氯西林钠

Zhusheyong Amoxicilinna Fulüxilinna

Amoxicillin Sodium and Flucloxacillin Sodium for Injection

本品为阿莫西林钠与氟氯西林钠[阿莫西林($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)与氟氯西林($C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$)标示量之比为1∶1]均匀混合制成的无菌粉末。按无水物计算，每1mg中含阿莫西林($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)和氟氯西林($C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$)分别不得少于400μg和436μg。按平均装量计算，含阿莫西林($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)和氟氯西林($C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$)均应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末，具引湿性。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液两个主峰的保留时间应分别与对照品溶液相应两个主峰的保留时间一致。

(2)本品显钠盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **碱度** 取本品，加水制成每1ml中含0.1g的溶液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为7.5～9.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品5瓶，按标示量分别加水制成每1ml中含阿莫西林0.1g的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，均不得更浓；如显色，与黄色或黄绿色6号标准比色液(附录Ⅸ A)比较，均不得更深。

有关物质 取装量差异项下的内容物，混合均匀，称取适量，加流动相A溶解并稀释制成每1ml中含阿莫西林和氟氯西林分别为1.25mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取供试品溶液适量，用流动相A定量稀释制成每1ml中含阿莫西林和氟氯西林各25μg的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；流动相A为磷酸盐缓冲液(pH 6.5)-乙腈(98∶2)，流动相B为磷酸盐缓冲液(pH 6.5)-乙腈(55∶45)；按下表进行线性梯度洗脱，流速为每分钟1.0ml；检测波长为225nm。阿莫西林峰及氟氯西林峰与其相邻杂质峰的分离度应符合要求。精密量取对照溶液5ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为灵敏度溶液。量取20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，主成分峰高的信噪比应大于5。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液两个主峰面积之和的0.5倍(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液两个主峰面积之和的2.0倍(4.0%)，供试品溶液色谱图中任何小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	90	10
7	90	10
10	0	100
18	0	100
23	90	10
30	90	10

水分 取本品适量，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定，含水分不得过4.0%。

不溶性微粒 取本品，按标示量加微粒检查用水制成每1ml中含50mg的溶液，依法检查(附录Ⅸ C)，标示量为1.0g以下的折算为每1.0g样品中含10μm及10μm以上微粒不得过6000粒，含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒；标示量为1.0g以上(包括1.0g)的每个供试品容器中含10μm及10μm以上微粒不得过6000粒，含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg本品中含内毒素的量应小于0.050EU。

无菌 取本品，用适宜溶剂溶解后，全部转移至不少于500ml的0.9%的无菌氯化钠溶液中，用薄膜过滤法处理后，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；流动相为含0.015mol/L十二烷基硫酸钠和0.03mol/L无水醋酸钠的溶液(用冰醋酸调节pH至4.2)-甲醇(80：20)；流速为每分钟1.0ml；检测波长为225nm。阿莫西林峰及氟氯西林峰与其相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量，加磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾5.44g，加水溶解并稀释至2000ml，用磷酸或8mol/L氢氧化钠溶液调节pH至5.0)溶解并定量稀释制成每1ml中约含阿莫西林和氟氯西林各0.125mg的溶液，立即精密量取20μl注人液相色谱仪，记录色谱图。另精密称取阿莫西林对照品与氟氯西林对照品各适量，同法测定。按外标法以峰面积分别计算供试品中$C_{16}H_{19}N_3O_5S$和$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$的含量。

【类别】 β-内酰胺类抗生素，青霉素类。

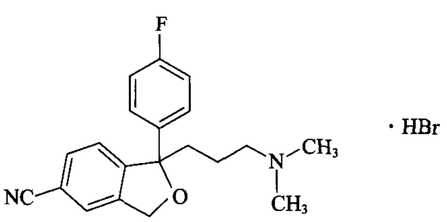
【规格】 (1)0.5g($C_{16}H_{19}N_3O_5S$ 0.25g与$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$ 0.25g) (2)1.0g($C_{16}H_{19}N_3O_5S$ 0.5g与$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$ 0.5g) (3)2.0g($C_{16}H_{19}N_3O_5S$ 1.0g与$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$ 1.0g) (4)3.0g($C_{16}H_{19}N_3O_5S$ 1.5g与$C_{19}H_{17}ClFN_3O_5S$ 1.5g)

【贮藏】 密封，在凉暗干燥处保存。

氢溴酸西酞普兰

Qingxiusuan Xitaipulan

Citalopram Hydrobromide



$C_{20}H_{21}FN_2O \cdot HBr$ 405.30

本品为(±)-1-[3-(二甲氨基)-丙基]-1-(4-氟苯基)-1,3-二氢-5-氰基-异苯并呋喃氢溴酸盐。按干燥品计算，含$C_{20}H_{21}FN_2O \cdot HBr$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭，味苦。

本品在热水中极易溶解，在三氯甲烷或甲醇中易溶，在无水乙醇或水中略溶，在无水乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为185～188℃。

【鉴别】 (1)取本品适量，加水溶解，滴加高锰酸钾试液，放置片刻，紫红色褪去，溶液转为淡黄色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(3)本品的水溶液显溴化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **旋光度** 取本品，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含25mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ E)，旋光度应为-0.20°至+0.20°。

酸度 取本品0.2g，加水10ml，振摇使溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为4.5～6.5。

氟 取本品约10mg，精密称定，照氟检查法(附录Ⅷ E)测定，含氟量应为4.2%～5.2%。

有关物质 取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含1.25mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含2.5μg的溶液，作为对照溶液；另取氢溴酸西酞普兰对照品约5mg，加高碘酸钾0.1g与冰醋酸2ml，置水浴中加热回流30分钟，取出，放冷，加水5ml，加热煮沸使溶液颜色消退，放冷，加20%氢氧化钾溶液3ml，摇匀，取上清液约5ml，加流动相稀释至25ml，摇匀，作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.1%醋酸盐缓冲液(取醋酸钠1g，加水800ml使溶解，加三乙胺6ml，摇匀，用冰醋酸调节pH值至4.6，加水至1000ml)-乙腈(80：20)为流动相；检测波长为239nm；柱温为45℃。取系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，氢溴酸西酞普兰峰与降解产物峰(相对保留时间约为0.9)的分离度应大于1.8。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.1%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2.5倍(0.5%)。

残留溶剂 甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、四氢呋喃、甲苯与苯 取本品约0.3g，精密称定，置10ml顶空瓶中，精密加入二甲亚砜3ml，振摇使溶解，密封，作为供试品溶液；另精密称取甲醇、乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、四氢呋喃、甲苯与苯各适量，加二甲亚砜定量稀释制成每1ml中分别含甲醇300μg、乙醇500μg、丙酮500μg、异丙醇500μg、二氯甲烷60μg、正己烷29μg、乙酸乙酯500μg、四氢呋喃72μg、甲苯89μg与苯0.2μg的混合溶液，精密量取3ml，置10ml顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定，以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(DB-624或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱；进样口温度为200℃；检测器温度为250℃；起始温度45℃，维持10分钟，以每分钟20℃的速率升温至120℃，维持3分钟，再以每分钟40℃的速率升温至200℃，维持5分钟；顶空瓶平衡温度为85℃，平衡时间为25分钟。取对照品溶液顶空进样，各色谱峰之间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符

合规定。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣 取本品1.0g，置铂坩锅中，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约0.25g，精密称定，加冰醋酸10ml与醋酐50ml振摇使溶解。照电位滴定法（附录Ⅶ A），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于40.53mg的$C_{20}H_{21}FN_2O \cdot HBr$。

【类别】 抗抑郁药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 氢溴酸西酞普兰片

氢溴酸西酞普兰片

Qingxiusuan Xitaipulan Pian

Citalopram Hydrobromide Tablets

本品含氢溴酸西酞普兰按西酞普兰（$C_{20}H_{21}FN_2O$）计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品显有机氟化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

(3)取本品的细粉适量，加水振摇，滤过，滤液显溴化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **有关物质** 取本品的细粉适量，加流动相使氢溴酸西酞普兰溶解并稀释制成每1ml中约含氢溴酸西酞普兰1.25mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含2.5μg的溶液，作为对照溶液。另取氢溴酸西酞普兰对照品约5mg，加高碘酸钾0.1g与冰醋酸2ml，置水浴中加热回流30分钟，取出，放冷，加水5ml，加热煮沸使溶液颜色消退，放冷，加20%氢氧化钾溶液3ml，摇匀，取上清液约5ml，加流动相20ml稀释，摇匀，作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.1%醋酸盐缓冲液（取醋酸钠1g，加水800ml使溶解，加三乙胺6ml，摇匀，用冰醋酸调节pH值至4.6，加水至1000ml）-乙腈（80∶20）为流动相；检测波长为239nm；柱温为45℃。取系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，氢溴酸西酞普兰峰与降解产物峰（相对保留时间约为0.9）的分离度应大于1.8。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.2%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的4倍（0.8%）。

含量均匀度 取本品1片，置200ml量瓶中，加流动相适量，超声15分钟使氢溴酸西酞普兰溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液照含量测定项下的方法测定含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以水900ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取氢溴酸西酞普兰对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含西酞普兰20μg的溶液作为对照品溶液。取供试品溶液与对照品溶液，照含量测定项下的方法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.1%醋酸盐缓冲溶液（取醋酸钠1g，加水800ml使溶解，加三乙胺6ml，摇匀，用冰醋酸调节pH值至4.6，加水至1000ml）-乙腈（72∶28）为流动相；检测波长为239nm。取有关物质项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，氢溴酸西酞普兰峰与降解产物峰（相对保留时间约为0.9）的分离度应符合要求。理论板数按氢溴酸西酞普兰峰计算不低于3000。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当于西酞普兰20mg），置200ml量瓶中，加流动相适量，超声15分钟使氢溴酸西酞普兰溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取氢溴酸西酞普兰对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含西酞普兰0.1mg的溶液，摇匀，同法测定。按外标法以峰面积计算，结果乘以0.8004，即得。

【类别】 同氢溴酸西酞普兰。

【规格】 20mg（按$C_{20}H_{21}FN_2O$计）

【贮藏】 密封保存。

复方卡比多巴片

Fufang Kabiduoba Pian

Compound Carbidopa Tablets

本品含卡比多巴（$C_{10}H_{14}N_2O_4$）与左旋多巴（$C_9H_{11}NO_4$）均应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

卡比多巴	25g
左旋多巴	250g
辅料	适量
制成	1000片

【性状】 本品为淡蓝色片。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液两个主峰的保留时间应与对照品溶液相应两主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于卡比多巴 20mg)，置100ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液25ml与水25ml，振摇20分钟，加甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，作为供试品溶液；另取卡比多巴与左旋多巴对照品适量，用0.1mol/L盐酸溶液-水-甲醇(1：1：2)制成每1ml中含卡比多巴0.2mg与左旋多巴2mg的溶液，作为对照品溶液；吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以丙酮-三氯甲烷-正丁醇-冰醋酸-水(60：40：40：40：35)为展开剂，展开，晾干，喷以茚三酮试液，在105℃加热使显色，供试品溶液所显两个主斑点的颜色和位置应与对照品溶液相应的主斑点一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **溶出度** 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以0.1mol/L盐酸溶液750ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液适量，滤过，照含量测定项下的色谱条件，精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取卡比多巴和左旋多巴对照品适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含卡比多巴33μg和左旋多巴330μg的溶液，同法测定，计算每片中卡比多巴和左旋多巴的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸二氢钠溶液(取磷酸二氢钠11.04g，加水950ml使溶解，加0.024%癸烷磺酸钠1.3ml，加水稀释至1000ml，用磷酸调节pH值至2.8)为流动相；检测波长为280nm。理论板数按卡比多巴峰计算不低于1000，卡比多巴峰与左旋多巴峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于左旋多巴50mg)，置100ml量瓶中，加0.033mol/L磷酸溶液10ml，微热使卡比多巴与左旋多巴溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取卡比多巴对照品和左旋多巴对照品适量，同法制成每1ml中约含卡比多巴50μg和左旋多巴500μg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗震颤麻痹药。

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

复方克霉唑涂膜

Fufang Kemeizuo Tumo

Compound Clotrimazole Pigments

本品含克霉唑($C_{22}H_{17}ClN_2$)和尿素(CH_4N_2O)均应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

克霉唑	200g
尿素	748g
基质	适量
制成	1000管

【性状】 本品为类白色至淡棕色糊状物。

【鉴别】 (1) 取本品适量(约相当于尿素0.2g)，置试管中加热，即分解并放出氨气；遇湿润的红色石蕊试纸，能使变蓝色。

(2)取本品适量(约相当于克霉唑20mg)，加二氯甲烷4ml，振摇30分钟，取下清液滤过，滤液作为供试品溶液；另取克霉唑对照品，加二氯甲烷制成每1ml中约含5mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以异丙醚为展开剂，并在展开缸中放入装有浓氨溶液的小烧杯使氨蒸气在缸内饱和，展开，晾干，在碘蒸气中显色，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点相同。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(2)、(3)两项可选做一项。

【检查】 **二苯基-(2-氯苯基)甲醇** 取本品适量(约相当于克霉唑10mg)，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇28ml，置50℃水浴中加热5分钟，时时振摇，然后取出强烈振摇5分钟，加水12ml，摇匀，放冷，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液。另取二苯基-(2-氯苯基)甲醇对照品适量，精密称定，加70%甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含2μg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取对照品溶液与供试品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，供试品溶液色谱图中如有与二苯基-(2-氯苯基)甲醇保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过克霉唑标示量的1.0%。

其他 应符合涂膜剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ T)。

【含量测定】 **克霉唑** 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(70：30)(用10%磷酸调节pH值至5.7～5.8)为流动相；检测波长为215nm。分别取克霉唑与二苯基-(2-氯苯基)甲醇适量，加

70%甲醇溶解并稀释制成每1ml中含克霉唑0.04mg和二苯基-(2-氯苯基)甲醇0.03mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，理论板数按克霉唑峰计算不低于4000，克霉唑峰与二苯基-(2-氯苯基)甲醇峰的分离度应大于2.0。

测定法　取本品适量(约相当于克霉唑2mg)，精密称定，置50ml量瓶中，加甲醇28ml，置50℃水浴中加热5分钟，时时振摇，然后取出强烈振摇5分钟，加水12ml，摇匀，放冷，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，滤膜滤过，精密量取续滤液10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取克霉唑对照品适量，精密称定，加70%甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.04mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

尿素　对照品溶液的制备　取尿素对照品适量，精密称定，加乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含尿素0.5mg的溶液。

供试品溶液的制备　取本品适量(约相当于尿素50mg)，精密称定，置100ml量瓶中，加乙醇50ml，置热水浴中加热使尿素溶解，放冷，用乙醇稀释至刻度，摇匀，滤膜滤过，取续滤液作为供试品溶液。

测定法　精密量取供试品溶液与对照品溶液各3ml，分别置25ml量瓶中，各精密加对二甲氨基苯甲醛溶液(取对二甲氨基苯甲醛2g，加乙醇96ml与盐酸4ml使溶解，即得)10ml，用乙醇稀释至刻度，摇匀，暗处放置15分钟，必要时滤过，立即照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在420nm的波长处测定吸光度，计算，即得。

【类别】　抗真菌药。

【贮藏】　密封，阴凉干燥处保存。

曾用名：克霉唑涂膜

复方克霉唑溶液

Fufang Kemeizuo Rongye

Compound Clotrimazole Solution

本品含克霉唑($C_{22}H_{17}ClN_2$)、薄荷脑($C_{10}H_{20}O$)、苯酚(C_6H_6O)、二甲基亚砜[$(CH_3)_2SO$]均应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

克霉唑	20g
苯酚	10g
薄荷脑	2g
二甲基亚砜	20g
乙醇	适量
制成	1000ml

【性状】　本品为无色至微黄色的澄清液体。

【鉴别】　(1)取本品0.5ml，置水浴上蒸干，残渣加硫酸1ml溶解后，显橙黄色，加水3ml稀释后显白色，再加硫酸3ml，复显橙黄色。

(2)取本品10ml，置水浴上蒸干，加水5ml使苯酚溶解后，滤过，滤液加三氯化铁试液1滴，即显蓝紫色。

(3)在克霉唑含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)在苯酚、二甲基亚砜、薄荷脑含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液各主峰的保留时间应与对照品溶液相应各主峰的保留时间一致。

【检查】　**pH值**　取本品，依法测定(附录Ⅸ H)，pH值应为6.0～7.0。

二苯基-(2-氯苯基)-甲醇　精密量取本品1ml，置100ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取二苯基-(2-氯苯基)甲醇对照品，精密称定，用70%甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含2μg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取对照品溶液与供试品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，供试品溶液的色谱图中如有与二苯基-(2-氯苯基)甲醇保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过克霉唑标示量的1.0%。

乙醇量　应为80%～90%(附录Ⅶ E)。必要时将样品溶液滤过。

装量　取本品，照最低装量检查法(附录Ⅺ F)检查，应符合规定。

微生物限度　取本品10ml，加恒温至45℃的pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液至100ml，均匀分散后，制成1∶10的供试液。取1ml供试液，薄膜过滤，再用700ml pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗滤膜，取出滤膜，菌面朝上贴于营养琼脂培养基或玫瑰红钠琼脂培养基平板上培养，进行细菌、霉菌及酵母菌数计数检查；另取10ml供试液，加入不少于200ml的营养肉汤培养基和胆盐乳糖培养基中，依法(附录Ⅺ J)进行铜绿假单胞菌的控制菌检查，应符合规定；另取10ml供试液，加入不少于500ml的营养肉汤培养基和培养基中，依法(附录Ⅺ J)进行金黄色葡萄球菌的控制菌检查，应符合规定。

【含量测定】　**克霉唑**　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(70∶30)(用10%磷酸溶液调节pH值至5.7～5.8)为流动相；检测波长为215nm。分别取克霉唑与二苯基-(2-氯苯基)甲醇适量，用70%甲醇溶解制成每1ml中含克霉唑0.04mg和二苯基-(2-氯苯基)甲醇0.03mg的溶液，取10μl注入液相色谱仪，理论板数按克霉唑峰计算不低于4000，克霉唑峰与二苯基-(2-氯苯基)甲醇峰间的分离度应大于2.0。

测定法　精密量取本品1ml，置100ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置25ml量瓶中，用70%甲醇稀释至刻度，摇匀，精密量取10μl，注入液相色谱仪，记录

色谱图；另取克霉唑对照品适量，精密称定，加70%甲醇溶解并定量制成每1ml中约含0.04mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

苯酚　二甲基亚砜　薄荷脑　照气相色谱法（附录Ⅴ E）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以键合交联聚乙二醇（PEG-20M）为固定液的毛细管柱（30m×0.53mm，1.0μm），程序升温，起始温度为120℃，维持4分钟后，以每分钟20℃的速率升温至200℃，维持5分钟；检测器温度为250℃；载气流速为每分钟5ml；进样口温度为200℃；进样体积为1μl。理论板数按薄荷脑峰计算不低于80 000。二甲基亚砜峰与薄荷脑峰的分离度应符合要求。

校正因子的测定　取萘适量，用乙醇溶解并稀释成每1ml约含2.0mg的溶液，作为内标溶液。另取薄荷脑对照品10mg，苯酚对照品50mg，二甲基亚砜0.1g，精密称定，置50ml量瓶中，加乙醇适量使溶解，再精密加入内标溶液5ml，用乙醇稀释至刻度，摇匀，取1μl注入气相色谱仪，计算校正因子。

测定法　精密量取本品和内标溶液各5ml，置50ml量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀，取1μl注入气相色谱仪，记录色谱图，按内标法以峰面积计算，即得。

【类别】　抗真菌药。

【贮藏】　密封，在阴凉处保存。

复方利血平氨苯蝶啶片

Fufang Lixueping Anbendieding Pian

Compound Reserpine and Triamterene Tablets

本品含硫酸双肼屈嗪（$C_8H_{10}N_6 \cdot H_2SO_4$）、氢氯噻嗪（$C_7H_8ClN_3O_4S_2$）、氨苯蝶啶（$C_{12}H_{11}N_7$）、利血平（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）均应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

利血平	0.1g
氢氯噻嗪	12.5g
硫酸双肼屈嗪	12.5g
氨苯蝶啶	12.5g
辅料	适量
制成	1000片

【性状】　本品为薄膜衣片，除去包衣后显黄色。

【鉴别】　（1）取本品细粉适量（约相当于1片的量），加水10ml，振摇3分钟，滤过，取滤液2ml，加碱性碘化汞钾试液，即产生棕黑色沉淀；另取滤液2ml，加三氯化铁试液，即显蓝色。

（2）取本品细粉适量（约相当于1片的量），加丙酮10ml，振摇3分钟，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣加氢氧化钠试液3ml，煮沸2分钟，放冷（必要时滤过），加盐酸使呈酸性，加1%亚硝酸钠溶液1ml，摇匀，加2%氨基磺酸铵溶液1ml，摇匀，加0.5%变色酸溶液1ml与醋酸钠试液1ml，显红色。

（3）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应分别与利血平、氢氯噻嗪、硫酸双肼屈嗪、氨苯蝶啶对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　含量均匀度　利血平　避光操作。取本品1片，置25ml量瓶中，加50%乙腈溶液适量，超声处理使利血平溶解，放冷，用50%乙腈溶液稀释至刻度，摇匀，离心，取上清液照利血平含量测定项下的方法测定含量，限度为±20%，应符合规定（附录Ⅹ E）。

硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪、氨苯蝶啶　取本品1片，置50ml量瓶中，加15%乙腈溶液30ml，照硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪、氨苯蝶啶含量测定项下的方法，自"超声处理30分钟使硫酸双肼屈嗪溶解"起，依法测定硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪、氨苯蝶啶含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度　氢氯噻嗪、氨苯蝶啶　取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取氢氯噻嗪和氨苯蝶啶对照品各约12.5mg，精密称定，置100ml量瓶中，加乙腈2ml与溶出介质适量，超声处理使溶解，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。取上述两种溶液各20μl，照硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪、氨苯蝶啶含量测定项下的方法测定，计算每片中氢氯噻嗪和氨苯蝶啶的溶出量。限度均为标示量的70%，应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】　利血平　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液（用磷酸调节pH值至2.7）-乙腈（50∶50）为流动相，检测波长为268nm。理论板数按利血平峰计算不低于3000，利血平峰与其他色谱峰的分离度应符合要求。

测定法　避光操作。取本品20片，精密称定，研细，精密称取细粉适量（约相当于利血平0.25mg），置50ml量瓶中，加乙腈5ml，超声使利血平溶解，用50%乙腈稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取利血平对照品10mg，精密称定，置200ml量瓶中，加乙腈5ml，超声处理使溶解，用50%乙腈稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用50%乙腈稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪、氨苯蝶啶　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，流动相A为0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液（用磷酸调节pH值至2.7），流动相B为乙腈；流速为每分钟1.0ml，按下表进行线性梯度洗脱；检测波长为316nm。理论板数按硫酸双肼屈嗪峰计算不低于4000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	82	18
20	82	18
30	67	33
35	67	33
40	82	18

测定法　精密称取利血平含量测定项下的细粉适量(约相当于硫酸双肼屈嗪12.5mg),置50ml量瓶中,加15%乙腈30ml,超声处理30分钟使硫酸双肼屈嗪溶解,再加乙腈15ml,超声处理20分钟使氢氯噻嗪与氨苯蝶啶溶解,放冷,用乙腈稀释至刻度,摇匀,离心,精密量取上清液5ml,置10ml量瓶中,用混合溶液[0.02mol/L庚烷磺酸钠溶液(用磷酸调节pH值至2.7)-乙腈(85∶15)]稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图。另取硫酸双肼屈嗪、氢氯噻嗪、氨苯蝶啶对照品各12.5mg,精密称定,同法制成对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 抗高血压药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

复方氨基酸注射液(18AA)

Fufang Anjisuan Zhusheye (18AA)

Compound Amino Acid Injection (18AA)

本品为18种氨基酸与山梨醇配制而成的灭菌水溶液。除胱氨酸外,含其余各种氨基酸均应为标示量的80.0%～120.0%。含山梨醇应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

	5%	12%
脯氨酸($C_5H_9NO_2$)	1.00g	2.40g
丝氨酸($C_3H_7NO_3$)	1.00g	2.40g
丙氨酸($C_3H_7NO_2$)	2.00g	4.80g
异亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	3.52g	8.45g
亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	4.90g	11.76g
门冬氨酸($C_4H_7NO_4$)	2.50g	6.00g
酪氨酸($C_9H_{11}NO_3$)	0.25g	0.60g
谷氨酸($C_5H_9NO_4$)	0.75g	1.80g
苯丙氨酸($C_9H_{11}NO_2$)	5.33g	12.80g
盐酸精氨酸($C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$)	5.00g	12.00g
盐酸赖氨酸($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$)	4.30g	10.32g
缬氨酸($C_5H_{11}NO_2$)	3.60g	8.64g
苏氨酸($C_4H_9NO_3$)	2.50g	6.00g
盐酸组氨酸($C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)	2.50g	6.00g
色氨酸($C_{11}H_{12}N_2O_2$)	0.90g	2.16g
甲硫氨酸($C_5H_{11}NO_2S$)	2.25g	5.40g
胱氨酸($C_6H_{12}N_2O_4S_2$)	0.10g	0.24g
甘氨酸($C_2H_5NO_2$)	7.60g	18.24g
山梨醇($C_6H_{14}O_6$)	50.00g	50.00g
亚硫酸氢钠($NaHSO_3$)	0.4g或0.5g	0.5g
注射用水	适量	适量
全量	1000ml	1000ml

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品1ml,加水10ml,摇匀,加茚三酮约3mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各种氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中相应各氨基酸峰的保留时间一致。

(3)取本品1ml,加新制的10%儿茶酚溶液3ml,摇匀,加硫酸6ml,即显粉红色。

【检查】 **pH值**　应为5.0～7.0(附录Ⅵ H)。

透光率　取本品,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在430nm的波长处测定透光率,不得低于97.0%。

亚硫酸氢钠　精密量取本品适量,用0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液定量稀释制成每1ml中约含亚硫酸氢钠1μg的溶液,作为供试品溶液;另精密称取亚硫酸氢钠对照品适量,用0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含1μg的溶液,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液和对照品溶液各10ml,分别置50ml具塞试管中,依次加入0.05%碱性品红盐酸溶液(取碱性品红0.1g,加盐酸10ml溶解,加水至200ml)1ml和0.3%甲醛溶液(取甲醛溶液2ml,加水稀释至250ml)1ml,摇匀,在37℃水浴中加热10分钟,取出,放冷。另取0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液10ml,同法操作,作为空白溶液。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在560nm的波长处测定吸光度,计算。含亚硫酸氢钠不得过标示量的110.0%。

渗透压摩尔浓度　取本品,依法检查(附录Ⅸ G),渗透压摩尔浓度应为691～845mOsmol/kg(浓度为5%的规格),1391～1701mOsmol/kg(浓度为12%的规格)。

异常毒性　取本品(或取本品,用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸6%的稀释液),依法检查(附录Ⅺ C),按静脉注射法缓慢注射,应符合规定。

细菌内毒素　取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1ml本品中含内毒素的量应小于0.50EU。

降压物质　取本品,依法检查(附录Ⅺ G),剂量按猫体重每1kg注射0.5ml,应符合规定。

无菌　取本品,经薄膜过滤法处理,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 **氨基酸**　取本品,用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行分离测定;另取相应的氨基酸对照品,制成相应浓度的对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算各种氨基酸的含量。

如不能同时测定色氨酸的含量时,按以下方法测定。

色氨酸　精密量取本品 2ml,置 100ml 量瓶中,加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另精密称取色氨酸对照品和酪氨酸对照品适量,分别加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含色氨酸 18.0μg 和酪氨酸 5.0μg 的溶液,摇匀,分别作为对照品溶液(1)与对照品溶液(2),照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),取对照品溶液(2),以 280nm 为测定波长(λ_2),在 303nm 波长附近(每间隔 0.2nm)选择等吸光度点波长及参比波长(λ_1)。要求 $\Delta A = A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1} = 0$,再在 λ_2 与 λ_1 波长处分别测定对照品溶液(1)与供试品溶液的吸光度,求出各自的吸光度差值(ΔA),计算。

山梨醇　精密量取本品 5ml,加至离子交换柱内(交换柱内径为 10mm、高度为 25cm,内填经转型并处理至中性的钠型磺酸盐阳离子交换树脂约 10g),以每分钟 1.5～2.0ml 的流速通过柱。收集流出液于 250ml 量瓶中,再用水洗柱三次,每次 10ml,最后用水 60ml 快洗,合并洗液与流出液,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。

测定法　精密量取上述供试品溶液 5ml,置碘瓶中,精密加入高碘酸钠硫酸溶液[取硫酸溶液(1→20)80ml 与已用硫酸酸化的高碘酸钠溶液(1→1000)120ml,混匀]50ml,置水浴上加热 15 分钟,放冷。加碘化钾 1g,密塞,放置 5 分钟,用硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示液 2ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 的硫代硫酸钠滴定液(0.05mol/L)相当于 0.9109mg 的 $C_6H_{14}O_6$。

【类别】　氨基酸类药。

【规格】　按总氨基酸计　(1)250ml : 12.5g　(2)500ml : 25g　(3)250ml : 30g

【贮藏】　密闭保存。

注:渗透压摩尔浓度的测定用标准溶液的制备　分别精密称取经 500～650℃干燥 40～50 分钟并置干燥器(硅胶)中放冷的基准氯化钠 1.592g、3.223g、6.437g,各加水使溶解并稀释至 100ml,摇匀(渗透压摩尔浓度分别为 500、1000、2000mOsmol/kg)。

测定浓度为 5%的规格的样品时用 500、1000mOsmol/kg 标准溶液校正仪器;测定浓度为 12%的规格的样品时用 1000、2000mOsmol/kg 标准溶液校正仪器。

复方氨基酸注射液(18AA-Ⅰ)

Fufang Anjisuan Zhusheye (18AA-Ⅰ)

Compound Amino Acid Injection (18AA-Ⅰ)

本品为 18 种氨基酸与钾、钠、钙、镁等无机盐配制而成的灭菌水溶液,除盐酸半胱氨酸外,含酪氨酸应为标示量的 80.0%～120.0%,其余各种氨基酸均应为标示量的 85.0%～115.0%,含钠(Na)应为 45～55mmol/L,钾(K)应为 18～22mmol/L,钙(Ca)应为 2.2～2.8mmol/L,镁(Mg)应为 1.3～1.7mmol/L,氯化物以氯(Cl)计应不得过 60mmol/L。

【处方】

谷氨酸($C_5H_9NO_4$)	9.0g
脯氨酸($C_5H_9NO_2$)	8.1g
丝氨酸($C_3H_7NO_3$)	7.5g
苯丙氨酸($C_9H_{11}NO_2$)	5.5g
亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	5.3g
缬氨酸($C_5H_{11}NO_2$)	4.3g
门冬氨酸($C_4H_7NO_4$)	4.1g
异亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	3.9g
盐酸赖氨酸($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$)	4.9g
精氨酸($C_6H_{14}N_4O_2$)	3.3g
苏氨酸($C_4H_9NO_3$)	3.0g
丙氨酸($C_3H_7NO_2$)	3.0g
组氨酸($C_6H_9N_3O_2$)	2.4g
甘氨酸($C_2H_5NO_2$)	2.1g
甲硫氨酸($C_5H_{11}NO_2S$)	1.9g
盐酸半胱氨酸($C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$)	0.145g
色氨酸($C_{11}H_{12}N_2O_2$)	1.0g
酪氨酸($C_9H_{11}NO_3$)	0.5g
氯化钙($CaCl_2 \cdot 2H_2O$)	0.368g
氯化钾(KCl)	0.375g
硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)	0.37g
氢氧化钠(NaOH)	2.0g
氢氧化钾(KOH)	0.84g
焦亚硫酸钠($Na_2S_2O_5$)	0.3g
注射用水	适量
全量	1000ml

【性状】　本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】　(1)取本品 1ml,加水 10ml,摇匀,加茚三酮约 3mg,加热,溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各种氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中相应各氨基酸峰的保留时间一致。

(3)取本品 4ml,置试管中,加 15%碳酸钾溶液 4ml,加热至沸,滤过,取滤液 4ml,加焦锑酸钾试液 4ml,加热至沸,置冰水中冷却,用玻棒摩擦试管内壁,应有致密的沉淀生成。

(4)取本品 2ml,加 0.1%四苯硼钠溶液 1ml 与稀醋酸 0.5ml,即生成白色沉淀。

(5)取本品 2ml,显钙盐鉴别(2)的反应(附录Ⅲ)。

(6)取本品 2ml,显氯化物鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】　**pH 值**　应为 5.0～5.4(附录Ⅵ H)。

透光率　取本品,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),

在430nm的波长处测定透光率，不得低于95.0%。

焦亚硫酸钠 亚硫酸钠对照溶液的制备 精密称取无水亚硫酸钠(必要时照无水亚硫酸钠含量测定项下方法标定)0.440g，用0.04%乙二胺四醋酸二钠溶液溶解并稀释制成每1ml中含0.44mg的溶液(相当于每1ml中含 $Na_2S_2O_5$ 0.33mg，临用新制)。

测定法 精密量取酸性品红溶液(精密称取酸性品红0.34g，加硫酸1ml，加水溶解使成1000ml，7天内使用)5ml，共2份，分别置甲、乙两个50ml量瓶中，各加入醋酸盐缓冲液(取乙二胺四醋酸二钠0.4g、醋酸钠136.1g与冰醋酸57ml，加水溶解使成1000ml)约40ml，甲瓶中精密加入亚硫酸钠对照溶液2ml，乙瓶中精密加入本品2ml，用醋酸盐缓冲液稀释至刻度，摇匀，放置25分钟，立即以醋酸盐缓冲液为空白，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在549nm的波长处测定吸光度，乙瓶中溶液的吸光度应不低于甲瓶中溶液的吸光度。

渗透压摩尔浓度 取本品，依法测定(附录Ⅸ G)，渗透压摩尔浓度应为531～719mOsmol/kg。

异常毒性 取本品(或取本品，用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸6%的稀释液)，依法检查(附录Ⅺ C)，按静脉注射法缓慢注射，应符合规定。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1ml本品中含内毒素的量应小于0.50EU。

降压物质 取本品，依法检查(附录Ⅺ G)，剂量按猫体重每1kg注射0.5ml，应符合规定。

无菌 取本品，经薄膜过滤法处理，用pH 7.0蛋白胨-氯化钠缓冲液分次冲洗(每膜不少于300ml)，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 **氨基酸** 取本品，用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行分离测定；另取相应的氨基酸对照品，制成相应浓度的对照品溶液，同法测定。以峰面积计算各种氨基酸的含量。

如不能同时测定色氨酸含量时，按以下方法测定。

色氨酸 精密量取本品2ml，置100ml量瓶中，加0.1mol/L氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另精密称取经105℃干燥3小时的色氨酸和酪氨酸对照品适量，分别加0.1mol/L氢氧化钠溶液溶解并定量稀释成每1ml中约含色氨酸18.0μg和酪氨酸5.0μg的溶液，摇匀，分别作为对照品溶液(1)与对照品溶液(2)，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，取对照品溶液(2)，以280nm为测定波长(λ_2)，在303nm波长附近(每间隔0.2nm)选择等吸光度点波长及参比波长(λ_1)。要求 $\Delta A=A_{\lambda_2}-A_{\lambda_1}=0$，再在 λ_2 与 λ_1 波长处分别测定对照品溶液(1)与供试品溶液的吸光度，求出各自的吸光度差值(ΔA)，计算。

钠 对照品溶液的制备 取在130℃干燥至恒重的氯化钠约1.27g，精密称定，置500ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用水稀释，分别制成每1ml中约含钠2.0、4.0、6.0、8.0μg的溶液，摇匀。

供试品溶液的制备 精密量取本品1ml，置200ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法(附录Ⅳ D含量测定法第一法)，在589nm的波长处测定，计算。

钾 对照品溶液的制备 取在130℃干燥至恒重的氯化钾约1.14g，精密称定，置1000ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用水稀释，分别制成每1ml中约含钾6.0、12.0、18.0、24.0μg的溶液，摇匀。

供试品溶液的制备 精密量取本品2ml，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法(附录Ⅳ D含量测定法第一法)，在766.5nm的波长处测定，计算。

钙 对照品溶液的制备 取在105℃干燥至恒重的碳酸钙约0.25g，精密称定，置1000ml量瓶中，加少量盐酸使溶解，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5、10、15ml，分别置50ml量瓶中，加氯化铯溶液(取氯化铯6.35g，加水溶解成100ml)2ml，氯化锶溶液[取氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)15.25g，加水溶解成100ml]2ml，用水稀释至刻度，摇匀。

供试品溶液的制备 精密量取本品10ml，置50ml量瓶中，加氯化铯溶液2ml，氯化锶溶液2ml，用水稀释至刻度，摇匀。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法(附录Ⅳ D含量测定法第一法)，在422.7nm的波长处测定，计算。

镁 对照品溶液的制备 取硫酸镁约1.01g，精密称定，置100ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取0、2、4、6、8ml分别置100ml量瓶中，各加上述氯化锶溶液5ml，用水稀释至刻度，摇匀。

供试品溶液的制备 精密量取本品5ml，置100ml量瓶中，加氯化铯溶液5ml，用水稀释至刻度，摇匀。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法(附录Ⅳ D含量测定法第一法)，在285.2nm的波长处测定，计算。

氯化物 供试品溶液的制备 精密量取本品25ml，置50ml烧杯中，加4%高锰酸钾溶液2ml与1mol/L硫酸溶液1ml，加热至近沸(即出现第一个气泡时)立即冷却，将溶液移至50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

测定法 精密量取供试品溶液20ml，照电位滴定法(附录Ⅶ A)，用银电极作指示电极，硝酸钾盐桥-饱和甘汞电极为参比电极，用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml的硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于3.545mg的Cl。

【类别】 氨基酸类药。

【规格】 按总氨基酸计 (1)250ml：17.5g (2)500ml：35g

【贮藏】 25℃以下，不得冰冻。避免阳光直射，密闭保存。

复方氨基酸注射液(18AA-Ⅱ)

Fufang Anjisuan Zhusheye (18AA-Ⅱ)

Compound Amino Acid Injection (18AA-Ⅱ)

本品为18种氨基酸配制而成的灭菌水溶液，含酪氨酸与胱氨酸应为标示量的80.0%～120.0%，含其余各种氨基酸均应为标示量的85.0%～115.0%。

【处方】

	5%	8.5%	11.4%
门冬氨酸($C_4H_7NO_4$)	1.5g	2.5g	3.3g
谷氨酸($C_5H_9NO_4$)	2.5g	4.2g	5.7g
丝氨酸($C_3H_7NO_3$)	1.9g	3.4g	4.5g
组氨酸($C_6H_9N_3O_2$)	3.0g	5.0g	6.8g
甘氨酸($C_2H_5NO_2$)	3.5g	5.9g	7.9g
苏氨酸($C_4H_9NO_3$)	2.5g	4.2g	5.7g
丙氨酸($C_3H_7NO_2$)	7.2g	12.2g	16.3g
精氨酸($C_6H_{14}N_4O_2$)	4.9g	8.4g	11.2g
酪氨酸($C_9H_{11}NO_3$)	0.2g	0.2g	0.3g
胱氨酸($C_6H_{12}N_2O_4S_2$)	0.2g	0.2g	0.2g
缬氨酸($C_5H_{11}NO_2$)	3.2g	5.5g	7.3g
甲硫氨酸($C_5H_{11}NO_2S$)	2.5g	4.2g	5.7g
色氨酸($C_{11}H_{12}N_2O_2$)	0.85g	1.4g	1.9g
苯丙氨酸($C_9H_{11}NO_2$)	3.5g	5.9g	7.9g
异亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	2.5g	4.2g	5.7g
亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	3.4g	5.9g	7.9g
醋酸赖氨酸($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$)	5.5g	9.5g	12.7g
脯氨酸($C_5H_9NO_2$)	2.9g	5.0g	6.8g
焦亚硫酸钠($Na_2S_2O_5$)	0.3g	0.03g或0.04g	0.03g或0.04g
冰醋酸	1.3ml	2.5ml	2.75ml
注射用水	适量	适量	适量
全量	1000ml	1000ml	1000ml

【性状】 本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品1ml，加茚三酮约3mg，摇匀，加热，溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液中各氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中相应的各氨基酸对照品峰的保留时间一致。

【检查】 **pH值** 应为5.0～6.2(附录Ⅵ H)。

透光率 取本品，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在430nm的波长处测定透光率，不得低于95.0%。

焦亚硫酸钠 亚硫酸钠对照溶液的制备 精密称取无水亚硫酸钠(必要时照无水亚硫酸钠含量测定项下方法标定)适量和乙二胺四醋酸二钠0.14g，加水溶解使成250ml，精密量取上述溶液5ml，用0.04%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至250ml，使每1ml中含0.33mg(5%)、0.033mg(8.5%和11.4%含焦亚硫酸钠0.03mg/ml)或0.044mg(8.5%和11.4%含焦亚硫酸钠0.04mg/ml)的$Na_2S_2O_5$(临用新制)。

酸性品红溶液的制备 精密称取酸性品红0.34g，加硫酸1ml，加水溶解使成1000ml(7天内使用)。

测定法 精密量取酸性品红溶液5ml(5%)或2ml(8.5%、11.4%)，共2份，分别置甲、乙两个50ml量瓶中，各加入醋酸盐缓冲液(取乙二胺四醋酸二钠0.4g、醋酸钠136.1g与冰醋酸57ml，加水溶解使成1000ml)约40ml，于28℃水浴保温10分钟，甲瓶中精密加入亚硫酸钠对照溶液2ml，乙瓶中精密加入本品2ml，立即计时，并用醋酸盐缓冲液稀释至刻度，摇匀，放置28℃水浴中保温，准确反应15分钟，以醋酸盐缓冲液为空白，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在549nm的波长处测定吸光度，乙瓶中溶液的吸光度应不低于甲瓶中溶液的吸光度。

渗透压摩尔浓度 取本品，依法测定(附录Ⅸ G)，渗透压摩尔浓度应为403～490mOsmol/kg(5%)；703～859mOsmol/kg(8.5%)；964～1178mOsmol/kg(11.4%)。

异常毒性 取本品(或取本品，用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸6%的稀释液)，依法检查(附录Ⅺ C)，按静脉注射法缓慢注射，应符合规定。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1ml本品中含内毒素的量应小于0.50EU。

降压物质 取本品，依法检查(附录Ⅺ G)，剂量按猫体重每1kg注射0.5ml，应符合规定。

无菌 取本品，经薄膜过滤法处理，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 **氨基酸** 取本品，用适宜的氨基酸分析仪或高效液相色谱仪进行分离测定；另取相应的氨基酸对照品，制成相应浓度的对照品溶液，同法测定。以峰面积计算各种氨基酸的含量。

【类别】 氨基酸类药。

【规格】 按总氨基酸计 (1)250ml：12.5g (2)500ml：25g (3)250ml：21.25g (4)500ml：42.5g (5)250ml：28.5g (6)500ml：57g

【贮藏】 置5～25℃遮光，密闭保存。

注：渗透压摩尔浓度的测定用标准溶液的制备 分别精密称取经500～650℃干燥40～50分钟并置干燥器(硅胶)中放冷的基准氯化钠1.592g、3.223g、6.437g，各加水使溶解并稀释至100ml，摇匀(渗透压摩尔浓度分别为500、1000、2000mOsmol/kg)。

测定浓度为8.5%的样品时用500、1000mOsmol/kg标准溶液校正仪器；测定浓度为11.4%的样品时用1000、2000mOsmol/kg标准溶液校正仪器。

复方氨基酸注射液(18AA-Ⅲ)

Fufang Anjisuan Zhusheye(18AA-Ⅲ)

Compound Amino Acid Injection(18AA-Ⅲ)

本品为18种结晶氨基酸配制而成的灭菌水溶液，半胱氨酸含量应不少于标示量的60%，含其他各种氨基酸均应为标示量的85.0%～115.0%。

【处方】

异亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	5.60g
亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	12.50g
醋酸赖氨酸($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$)	12.40g
甲硫氨酸($C_5H_{11}NO_2S$)	3.50g
苯丙氨酸($C_9H_{11}NO_2$)	9.35g
苏氨酸($C_4H_9NO_3$)	6.50g
色氨酸($C_{11}H_{12}N_2O_2$)	1.30g
丝氨酸($C_3H_7NO_3$)	2.20g
缬氨酸($C_5H_{11}NO_2$)	4.50g
组氨酸($C_6H_9N_3O_2$)	6.00g
精氨酸($C_6H_{14}N_4O_2$)	7.90g
丙氨酸($C_3H_7NO_2$)	6.20g
门冬氨酸($C_4H_7NO_4$)	3.80g
半胱氨酸($C_3H_7NO_2S$)	1.00g
谷氨酸($C_5H_9NO_4$)	6.50g
脯氨酸($C_5H_9NO_2$)	3.30g
酪氨酸($C_9H_{11}NO_3$)	0.35g
甘氨酸($C_2H_5NO_2$)	10.70g
亚硫酸氢钠($NaHSO_3$)	0.50g
注射用水	适量
全量	1000ml

【性状】 本品为无色或微黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品1ml，加茚三酮试液少许，加热，溶液显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液中各种氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中相应的各氨基酸峰的保留时间一致。

【检查】 **pH值** 应为5.2～6.8(附录Ⅵ H)。

透光率 取本品，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在430nm的波长处测定透光率，不得低于95.0%。

渗透压摩尔浓度 取本品，依法测定(附录Ⅸ G)，渗透压摩尔浓度应为810～990mOsmol/kg。

亚硫酸氢钠 对照品贮备液的制备 精密称取亚硫酸氢钠适量，加入0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液溶解，并稀释制成每1ml中含亚硫酸氢钠约33μg的溶液，作为对照品贮备液。

供试品溶液的制备 精密量取本品适量，加入0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释制成每1ml中约含亚硫酸氢钠1μg的溶液，摇匀，即得。

标准曲线的制备 分别精密量取对照品贮备液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0ml，用0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至100ml，分别精密量取以上浓度的对照品溶液各10ml，置25ml比色管内，分别依次精密加入0.05%碱性品红溶液(取碱性品红0.05g，置100ml量瓶中，加盐酸5ml使溶解，加水稀释至刻度，摇匀)1ml和0.2%甲醛溶液1ml，密塞，摇匀，室温放置40分钟；以零号管作为空白校正，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在557nm的波长处测定其吸光度，以测得的吸光度与其相应浓度计算线性回归方程。

测定法 精密量取供试品溶液10ml，置25ml比色管中，照标准曲线的制备项下自"分别依次精密加入0.05%碱性品红溶液1ml和0.2%甲醛溶液1ml"起，同法操作，测定吸光度，由回归方程计算含亚硫酸氢钠的量。每1ml中含亚硫酸氢钠不得过0.55mg。

(注：亚硫酸氢钠不稳定，使用前必须标定，标定方法参照《中国药典》2010年版二部1193页，测定亚硫酸氢钠含量，测定结果以亚硫酸氢钠的百分含量表示。)

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1ml中含内毒素的量应小于0.50EU。

降压物质 取本品，依法检查(附录Ⅺ G)，剂量按猫体重每1kg注射1ml，应符合规定。

无菌 取本品，经薄膜滤过法处理，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 **酪氨酸与色氨酸** 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，甲醇-水(10：90)(含0.008mol/L的磷酸二氢钾)为流动相，检测波长为280nm。理论板数按色氨酸峰计算不低于4000，分离度应符合要求。

对照品溶液的制备 分别精密称取酪氨酸对照品及色氨酸对照品适量，加0.01mol/L盐酸溶液使溶解并稀释制成每1ml中含酪氨酸0.175mg及色氨酸0.65mg的对照品溶液，精密量取3ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液的制备 精密量取本品3ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 精密量取对照品溶液和供试品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图；按外标法以峰面积计算，即得。

半胱氨酸 对照品溶液的制备 精密称取半胱氨酸对照品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液。

测定法 精密量取本品及对照品溶液各1ml，分别置

100ml量瓶中,各加甲酸1.5ml及30%过氧化氢溶液1ml,在室温放置30分钟,然后加水稀释至刻度,摇匀,使用适宜的氨基酸分析仪进行测定,计算。

其他氨基酸　采用适宜的氨基酸分析法或照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.1mol/L醋酸钠溶液(用稀醋酸调节pH值至6.5)-乙腈(93∶7)为流动相A,以乙腈-水(80∶20)为流动相B,进行梯度洗脱,柱温40℃,检测波长为254nm。各种氨基酸峰的理论板数均应大于2000,分离度应符合要求。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0.01	100	0
11.0	93	7
13.9	88	12
14.0	85	15
29.0	66	34
32.0	30	70
35.0	0	100
42.0	0	100
45.0	100	0
60.0	100	0

内标溶液的制备　取正亮氨酸适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含0.8mg的溶液,摇匀,即得。

测定法　精密量取本品3ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。精密量取3ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取异亮氨酸对照品约50mg、亮氨酸对照品约100mg、醋酸赖氨酸对照品约100mg、甲硫氨酸对照品约30mg、苯丙氨酸对照品约80mg、苏氨酸对照品约55mg、缬氨酸对照品约40mg、丙氨酸对照品约55mg、精氨酸对照品约70mg、门冬氨酸对照品约35mg、谷氨酸对照品约55mg、组氨酸对照品约50mg、脯氨酸对照品约30mg、丝氨酸对照品约20mg与甘氨酸对照品约90mg,精密称定,置同一250ml量瓶中,加适量水使溶解,并稀释至刻度,摇匀;精密量取5ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液和对照品溶液各2ml,分别置20ml具塞试管中,精密加入1mol/L三乙胺溶液-乙腈(14∶86)1ml,0.1mol/L异硫氰酸苯酯乙腈溶液1ml,摇匀,在50℃水浴中反应45分钟,取出,放冷,再分别精密加入正己烷1ml,摇匀,放置30分钟后(溶液至澄清),取澄清的下层液各2μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按内标法以峰面积计算,即得。

【类别】　氨基酸类药。

【规格】　250ml∶25.90g(总氨基酸)

【贮藏】　置凉暗处保存。

注:渗透压摩尔浓度的测定用标准溶液的制备　分别精密称取经500～650℃干燥40～50分钟并置干燥器(硅胶)中放冷的基准氯化钠1.592g、3.223g,各加水使溶解并稀释至100ml,摇匀(渗透压摩尔浓度分别为500、1000mOsmol/kg)。

复方氨基酸注射液(18AA-Ⅳ)

Fufang Anjisuan Zhusheye(18AA-Ⅳ)

Compound Amino Acid Injection(18AA-Ⅳ)

本品为18种氨基酸与葡萄糖配制成的灭菌水溶液。除盐酸半胱氨酸外,含其他氨基酸均应为标示量的85.0%～115.0%。含葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】

异亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	1.87g
亮氨酸($C_6H_{13}NO_2$)	4.17g
醋酸赖氨酸($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$)	4.13g
甲硫氨酸($C_5H_{11}NO_2S$)	1.17g
苯丙氨酸($C_9H_{11}NO_2$)	3.11g
苏氨酸($C_4H_9NO_3$)	2.17g
N-乙酰-L-色氨酸($C_{13}H_{14}N_2O_3$)	0.52g
缬氨酸($C_5H_{11}NO_2$)	1.50g
组氨酸($C_6H_9N_3O_2$)	2.00g
精氨酸($C_6H_{14}N_4O_2$)	2.63g
丙氨酸($C_3H_7NO_2$)	2.07g
门冬氨酸($C_4H_7NO_4$)	1.27g
谷氨酸($C_5H_9NO_4$)	2.17g
脯氨酸($C_5H_9NO_2$)	1.10g
丝氨酸($C_3H_7NO_3$)	0.73g
酪氨酸($C_9H_{11}NO_3$)	0.116g
甘氨酸($C_2H_5NO_2$)	3.57g
盐酸半胱氨酸($C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$)	0.48g
葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)	75g
焦亚硫酸钠($Na_2S_2O_5$)	1.0g
注射用水	适量
全量	1000ml

【性状】　本品为无色至微黄色的澄明液体。

【鉴别】　(1)取本品缓缓滴入温热的碱性酒石酸铜试液中,即产生氧化亚铜的红色沉淀。

(2)取本品5ml,加10%氢氧化钠溶液2ml,再加亚硝基铁氰化钠试液2滴,即产生红紫色。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液中各种氨基酸峰的保留时间应与对照品溶液中相应的各氨基酸峰的保留时间一致。

【检查】　**pH值**　应为3.5～5.5(附录Ⅵ H)。

透光率　取本品,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在430nm的波长处测定透光率,不得低于93.0%。

5-羟甲基糠醛　取本品10～15ml(相当于葡萄糖1g),置

具塞试管中,加硫酸铵约9g,充分振摇使成饱和溶液,静置2分钟,加乙醚5ml,振摇数次,再放置2分钟,吸取乙醚层2ml,置另一试管中,加1%间苯二酚的盐酸溶液1ml,应立即产生轻微的粉红色,不应产生樱桃红色。

重金属　取本品40ml,置50ml纳氏比色管中,加氢氧化钠试液5ml并加水至刻度,摇匀,另取标准铅溶液2ml,同法处理并加入适量稀焦糖溶液调成与样品同样颜色,依法检查(附录Ⅷ H第三法),含重金属不得过千万分之五。

渗透压摩尔浓度　取本品,依法检查(附录Ⅸ G),渗透压摩尔浓度应为630～770mOsmol/kg。

焦亚硫酸钠　对照品贮备溶液的制备　取标化后的分析纯焦亚硫酸钠适量,精密称定,加0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液溶解,并稀释制成每1ml中含焦亚硫酸钠20μg的溶液。

供试品溶液的制备　精密量取本品2ml,加0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至100ml,摇匀。再精密量取上述溶液3ml,加0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至50ml,即得。

标准曲线的制备　精密量取对照品贮备溶液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml分别置50ml量瓶中,用0.01%乙二胺四醋酸二钠溶液稀释至刻度,摇匀。取上述系列对照品溶液各10ml,分别置具塞试管中,加0.05%碱性品红溶液(取碱性品红0.05g,加盐酸5ml使溶解,加水稀释至100ml)与0.2%的甲醛溶液各1ml,充分振摇,室温放置40分钟,以0管为空白,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)在555nm波长处分别测定吸光度,以测得的吸光度对相应的浓度,计算回归方程。

测定法　精密量取供试品溶液10ml,自"加0.05%碱性品红溶液"起,照标准曲线项下的方法测定,由回归方程计算焦亚硫酸钠的量,本品每1ml中含焦亚硫酸钠不得过1.1mg。

(注:分析纯焦亚硫酸钠标化方法:参照《中国药典》2010年版二部焦亚硫酸钠的含量测定。)

异常毒性　取本品(或取本品,用灭菌注射用水稀释制成含总氨基酸6%的稀释液),依法检查(附录Ⅺ C),按静脉注射法缓慢注射,应符合规定。

细菌内毒素　取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1ml本品中含内毒素的量应小于0.50EU。

降压物质　取本品,依法检查(附录Ⅺ G),剂量按猫体重每1kg注射0.5ml,应符合规定。

无菌　取本品,经薄膜过滤法处理,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】　酪氨酸与*N*-乙酰-L-色氨酸　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以甲醇-0.008mol/L的磷酸二氢钾溶液(10∶90)为流动相,检测波长为280nm。理论板数按*N*-乙酰-L-色氨酸峰计算不低于2000,各峰之间的分离度应符合要求。

对照品溶液的制备　取经105℃干燥3小时的酪氨酸对照品约29mg及*N*-乙酰-L-色氨酸对照品约130mg,精密称定,置同一250ml量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取2ml,置25ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得。

供试品溶液的制备　精密量取本品2ml,置25ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,即得。

测定法　取对照品溶液和供试品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图;按外标法计算,即得。

其他氨基酸　采用适宜的氨基酸分析法或照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.1mol/L醋酸钠溶液(用稀醋酸调节pH值至6.5)-乙腈(93∶7)为流动相A,以乙腈-水(80∶20)为流动相B,按下表进行梯度洗脱,柱温40℃,检测波长为254nm。各种氨基酸峰的理论板数均应大于2000,各峰之间的分离度应符合要求。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0.01	100	0
11.0	93	7
13.9	88	12
14.0	85	15
29.0	66	34
32.0	30	70
35.0	0	100
42.0	0	100
45.0	100	0
60.0	100	0

内标溶液的制备　取正亮氨酸适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含0.8mg的溶液,摇匀,即得。

测定法　精密量取本品5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取5ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取异亮氨酸对照品约50mg、亮氨酸对照品约100mg、醋酸赖氨酸对照品约100mg、甲硫氨酸对照品约30mg、苯丙氨酸对照品约80mg、苏氨酸对照品约55mg、缬氨酸对照品约40mg、丙氨酸对照品约55mg、精氨酸对照品约70mg、门冬氨酸对照品约35mg、谷氨酸对照品约55mg、组氨酸对照品约50mg、脯氨酸对照品约30mg、丝氨酸对照品约20mg、甘氨酸对照品约90mg,精密称定,置同一250ml量瓶中,加适量水使溶解,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取5ml,置10ml量瓶中,精密加入内标溶液2ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液和对照品溶液各2ml,分别置20ml具塞试管中,精密加入1mol/L三乙胺-乙腈(14∶86)溶液1ml,0.1mol/L异硫氰酸苯酯乙腈溶液1ml,摇匀,在50℃水浴中

反应45分钟，取出，放冷，再分别精密加入正己烷1ml，摇匀，放置30分钟后（溶液至澄清），取澄清的下层液各2μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按内标法以峰面积计算，即得。

葡萄糖　精密量取本品10ml，置于阳离子交换柱内（交换柱内径为10mm，高为22cm，内填经转型并处理至中性的钠型磺酸盐阳离子交换树脂约10g），以每分种0.5～0.7ml的流速通过柱，收集流出液于50ml量瓶中，再用水洗柱3次，每次10ml，洗液与流出液合并，并用水稀释至刻度，摇匀。依法测定旋光度（附录Ⅵ E），与10.426相乘，即得100ml供试品中$C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$的含量(g)。

【类别】　氨基酸类药。

【规格】　按总氨基酸计　(1)250ml：8.70g　(2)500ml：17.40g

【贮藏】　置凉暗处保存。

曾用名：18种氨基酸葡萄糖注射液

注：渗透压摩尔浓度的测定用标准溶液的制备　分别精密称取经500～650℃干燥40～50分钟并置干燥器（硅胶）中放冷的基准氯化钠1.592g、3.223g，各加水使溶解并稀释至100ml，摇匀（渗透压摩尔浓度分别为500、1000mOsmol/kg）。

复方磷酸萘酚喹片

Fufang Linsuan Naifenkui Pian

Compound Naphthoquine Phosphate Tablets

本品含磷酸萘酚喹（$C_{24}H_{28}N_3OCl \cdot 2H_3PO_4 \cdot 2H_2O$）与青蒿素（$C_{15}H_{22}O_5$）均应为标示量的90.0%～110.0%。

【处方】	Ⅰ	Ⅱ
磷酸萘酚喹（相当于萘酚喹）	78.3g(50g)	156.6g(100g)
青蒿素	125g	250g
辅料	适量	适量
制成	1000片	1000片

【性状】　本品为淡黄色片或薄膜衣片，除去包衣后显淡黄色。

【鉴别】　(1)取含量测定磷酸萘酚喹项下的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在341nm与221nm的波长处有最大吸收。

(2)取本品的细粉适量（约相当于萘酚喹50mg），加水10ml，加热使磷酸萘酚喹溶解，滤过，取滤液5ml，加氨试液数滴，滤过，用硫酸中和，溶液显磷酸盐鉴别(2)和(3)的反应（附录Ⅲ）。

(3)取本品的细粉适量（约相当于青蒿素30mg），加无水乙醇10ml，振摇使青蒿素溶解，滤过，取滤液数滴点于白瓷板上，加1%香草醛硫酸溶液1滴，即显桃红色。

【检查】　**有关物质**　磷酸萘酚喹　取本品的细粉适量（约相当于萘酚喹50mg），加70%甲醇溶液30ml，充分振摇，滤过，取续滤液作为供试品溶液。精密量取1ml，置100ml量瓶中，用70%甲醇溶液稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述两种溶液各40μl，分别点于同一硅胶HF_{254}板上，以石油醚-乙酸乙酯-二乙胺(20：6：1)为展开剂，展开，取出，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视，供试品溶液如显杂质斑点，与对照溶液的主斑点比较，不得更深，且杂质斑点不得多于2个。

青蒿素　取本品的细粉适量（约相当于青蒿素150mg），加丙酮10ml，充分振摇，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取0.5ml，置100ml量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液(1)；精密量取对照溶液(1)5ml，置10ml量瓶中，用丙酮稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液(2)；另取青蒿素和双氢青蒿素各适量，加丙酮溶解并稀释制成每1ml中含青蒿素10mg和双氢青蒿素0.1mg的混合溶液，作为系统适用性溶液。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述四种溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以石油醚（沸程60～90℃）-丙酮-冰醋酸(8：2：0.1)为展开剂，展开15cm以上，取出，晾干，喷以含2%香草醛的20%硫酸乙醇溶液，在85℃加热10～20分钟至斑点清晰，系统适用性溶液应显青蒿素与双氢青蒿素各自的清晰斑点。供试品溶液如显杂质斑点，深于对照溶液(2)主斑点颜色(0.25%)且不深于对照溶液(1)主斑点颜色(0.5%)的斑点不得多于1个，其他杂质斑点均不得深于对照溶液(2)所显主斑点的颜色(0.25%)。

溶出度　磷酸萘酚喹　取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第一法），以水900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经30分钟时，取溶液5ml，滤过，精密量取续滤液2ml（处方Ⅰ）或1ml（处方Ⅱ），置10ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在341nm的波长处测定吸光度，按$C_{24}H_{28}N_3OCl \cdot 2H_3PO_4 \cdot 2H_2O$的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为295计算每片的溶出量，限度为标示量的70%，应符合规定。

青蒿素　取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以0.5%十二烷基硫酸钠溶液1000ml为溶出介质，转速为每分钟100转，经45分钟时，取溶液10ml，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，加无水乙醇5ml和0.2%氢氧化钠溶液20ml，摇匀，置50℃水浴中加热30分钟，取出，在流水中冲凉，放冷，作为供试品溶液；另取青蒿素对照品约10mg，精密称定，置50ml量瓶中，加无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，自"加无水乙醇5ml"起同法操作，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-磷酸盐缓冲溶液(pH5.8)(50：50)为流动相；检测波长为260nm，理论板数按青蒿素峰计算不低于2000。取上述两种溶液，在进样前分别用0.08mol/L醋酸溶液稀释至刻度，摇匀，立即精密量取20μl，分别注入液相色谱仪，记录测试峰（后峰）峰面积，按外标法以峰面积计算每片的溶出量，限度为标示量的70%，应符合

规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 **磷酸萘酚喹** 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于磷酸萘酚喹20mg),置100ml量瓶中,加0.01mol/L磷酸溶液适量,振摇使磷酸萘酚喹溶解,用0.01mol/L磷酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在341nm的波长处测定吸光度,按$C_{24}H_{28}N_3OCl \cdot 2H_3PO_4 \cdot 2H_2O$的吸收系数($E^{1\%}_{1cm}$)为295计算,即得。

青蒿素 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(55∶45)为流动相;检测波长为210nm。理论板数按青蒿素峰计算不低于2000。

测定法 取含量测定磷酸萘酚喹项下细粉,精密称取适量(约相当于青蒿素50mg),置25ml量瓶中,加乙腈适量,振摇使青蒿素溶解,并用乙腈稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取青蒿素对照品适量,精密称定,加乙腈溶解并定量稀释制成每1ml中约含2.0mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

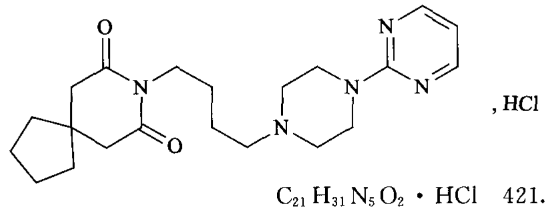
【类别】 抗疟药。

【贮藏】 密闭,在干燥处保存。

盐酸丁螺环酮

Yansuan Dingluohuantong

Buspirone Hydrochloride



$C_{21}H_{31}N_5O_2 \cdot HCl$ 421.96

本品为8-氮杂螺[4,5]癸烷-7,9-二酮,8-[4(4-2-嘧啶基)-1-哌嗪基]丁基-盐酸盐。按干燥品计算,含$C_{21}H_{31}N_5O_2 \cdot HCl$不得少于98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,味涩。

本品在水、甲醇或三氯甲烷中易溶,在乙醇中溶解;在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅳ C)为202～206℃。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加水2ml溶解后,加钼酸铵试液3滴,即生成白色絮状沉淀。

(2)取本品,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中含10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在214nm与233nm的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用水定量稀释制成每1ml中含1μg的溶液作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾1.36g,加水溶解并稀释成1000ml,用磷酸调节pH值至3.5)(30∶70)为流动相;检测波长为238nm。理论板数按盐酸丁螺环酮峰计算不低于3000。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%;再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

含氯量 取本品约0.4g,精密称定,加水50ml溶解后,加糊精溶液(1→50)5ml、碳酸钙0.1g与荧光黄指示液5～8滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至浑浊液由黄绿色变为微红色。每1ml硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于3.54mg的Cl。含氯量应为8.0%～8.8%。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约0.15g,精密称定,加冰醋酸20ml与醋酸汞试液5ml溶解后,加结晶紫指示液1滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显绿色,并将滴定结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于21.10mg的$C_{21}H_{31}N_5O_2 \cdot HCl$。

【类别】 抗焦虑药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 盐酸丁螺环酮片

盐酸丁螺环酮片

Yansuan Dingluohuantong Pian

Buspirone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸丁螺环酮($C_{21}H_{31}N_5O_2 \cdot HCl$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸丁螺环酮20mg),置试管中,加水5ml振摇使溶解,滤过,取滤液2ml,加

钼酸铵试液3滴，即生成白色絮状沉淀。

(2)取含量测定项下的供试品溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在214nm与233nm波长处有最大吸收。

(3)取鉴别(1)项下的滤液，显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **含量均匀度** 取本品1片，置50ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液适量，振摇使盐酸丁螺环酮溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过。照含量测定项下的方法，自"精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中"起，依法测定，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.1mol/L盐酸溶液600ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经20分钟时，取溶液10ml滤过，取续滤液照含量测定项下的方法，自"照紫外-可见分光光度法"起，依法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于盐酸丁螺环酮10mg)，置100ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在233nm的波长处测定吸光度；另取盐酸丁螺环酮对照品适量，精密称定，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含10μg的溶液，同法测定，计算，即得。

【类别】 同盐酸丁螺环酮。

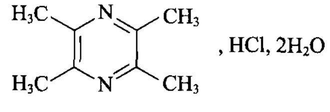
【规格】 5mg(按 $C_{21}H_{31}N_5O_2 \cdot HCl$ 计)

【贮藏】 遮光，密封保存。

盐酸川芎嗪

Yansuan Chuanxiongqin

Ligustrazine hydrochloride



$C_8H_{12}N_2 \cdot HCl \cdot 2H_2O$　208.69

本品为2,3,5,6-四甲基吡嗪盐酸盐二水合物。按无水物计算，含 $C_8H_{12}N_2 \cdot HCl$ 不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水中易溶，在乙醇和三氯甲烷中溶解。

熔点 取本品，不经干燥(附录Ⅵ E)，熔点为86.5～90℃。

【鉴别】 (1)取本品约10mg，加水5ml溶解后，加碘化铋钾试液2滴，即生成橙红色沉淀。

(2)取本品，加水制成每1ml中约含2μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在295nm的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1098图)一致。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **氯化物** 取本品0.15g，精密称定，加水25ml溶解后，加溴酚蓝指示液5滴，用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定，至溶液显灰紫色。每1ml的硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于3.545mg的Cl，含氯化物应为16.5%～17.5%。

有关物质 取本品适量，加水溶解并制成每1ml中含0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置200ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水(45∶55)为流动相，检测波长295nm。分别取盐酸川芎嗪2mg和邻苯二甲酸二甲酯12mg，置同一100ml量瓶中，加甲醇2ml溶解，用水稀释至刻度，摇匀，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按盐酸川芎嗪峰计算不低于2000，盐酸川芎嗪峰与邻苯二甲酸二甲酯峰的分离度应大于4.0。取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液及对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

丙酮 取本品约0.5g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入水5ml使溶解，密封，作为供试品溶液。取丙酮约50mg，精密称定，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定，以聚乙二醇为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度50℃，维持5分钟，再以每分钟50℃的速率升温至180℃，维持2分钟；进样口温度200℃；检测器温度250℃。顶空瓶平衡温度80℃，平衡时间30分钟。理论板数按丙酮峰计算不低于1000。分别取供试品溶液和对照品溶液顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，应符合规定。

水分 取本品，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定，水分应为16.5%～18.5%。

炽灼残渣 不得过0.1%(附录Ⅷ N)。

重金属 取本品1.0g，加稀醋酸2ml与水适量使溶解，加水至25ml，依法检查(附录Ⅷ H第一法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约0.15g，精密称定，加醋酐40ml，照电位滴定法(附录Ⅶ A)，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定并将滴定结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于17.27mg的 $C_8H_{12}N_2 \cdot HCl$。

【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 (1)盐酸川芎嗪注射液　(2)注射用盐酸川芎嗪

盐酸川芎嗪注射液

Yansuan Chuanxiongqin Zhusheye

Ligustrazine Hydrochloride Injection

本品为盐酸川芎嗪的灭菌水溶液。含盐酸川芎嗪($C_8H_{12}N_2 \cdot HCl \cdot 2H_2O$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品约10ml，加碘化铋钾试液2滴，即生成橘红色沉淀。

(2)取本品，用水稀释制成每1ml中约含盐酸川芎嗪0.02mg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在295nm的波长处有最大吸收。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH值** 应为2.0～3.0(附录Ⅵ H)。

有关物质 取本品，用水稀释制成每1ml中含盐酸川芎嗪0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置200ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg盐酸川芎嗪中含内毒素的量应小于3.75EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(45∶55)为流动相；检测波长为295nm。分别称取盐酸川芎嗪2mg和邻苯二甲酸二甲酯12mg，置同一100ml量瓶中，加甲醇2ml溶解，用水稀释至刻度，摇匀，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，盐酸川芎嗪峰与邻苯二甲酸二甲酯峰的分离度应大于4.0，理论板数按盐酸川芎嗪峰计算不低于2000。

测定法 精密量取本品适量(约相当于盐酸川芎嗪10mg)，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取盐酸川芎嗪对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸川芎嗪。

【规格】 (1)2ml∶40mg　(2)10ml∶40mg

【贮藏】 遮光，密闭，在阴凉处保存。

注射用盐酸川芎嗪

Zhusheyong Yansuan Chuanxiongqin

Ligustrazine Hydrochloride for Injection

本品为盐酸川芎嗪经冷冻干燥的无菌粉末。按平均装量计算，含盐酸川芎嗪($C_8H_{12}N_2 \cdot HCl \cdot 2H_2O$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于盐酸川芎嗪40mg)，加水10ml溶解后，加碘化铋钾试液2滴，即生成橘红色沉淀。

(2)取本品，加水溶解并稀释制成每1ml中约含盐酸川芎嗪0.02mg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在295nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度** 取本品1瓶，加水10ml溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为2.0～3.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品5瓶，分别加水10ml溶解，溶液应澄清无色。

有关物质 取本品内容物适量，加水溶解并稀释制成每1ml中含0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml置200ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

水分 取本品，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定，含水分不得过5.0%。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg盐酸川芎嗪中含内毒素的量应小于1.2EU。

无菌 取本品，加0.1%蛋白胨水溶液100ml溶解，采用薄膜过滤法处理后，用0.1%蛋白胨水溶液冲洗，每膜100ml，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水(45∶55)为流动相；检测波长为295nm。分别取盐酸川芎嗪2mg和邻苯二甲酸二甲酯12mg，置同一100ml量瓶中，加甲醇2ml使溶解，用水稀释至刻度，摇匀，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，盐酸川芎嗪峰与邻苯二甲酸二甲酯峰的分离度应大于4.0，理论板数按盐酸川芎嗪

峰计算不低于2000。

测定法 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于盐酸川芎嗪30mg），置100ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置10ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取盐酸川芎嗪对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸川芎嗪。

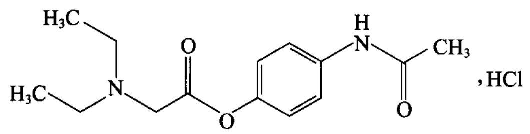
【规格】 (1)40mg (2)80mg (3)120mg

【贮藏】 遮光，密闭保存。

盐酸丙帕他莫

Yansuan Bingpatamo

Propacetamol Hydrochloride



$C_{14}H_{20}N_2O_3 \cdot HCl$ 300.8

本品为二乙胺基乙酸-4-乙酰氨基苯酯盐酸盐。按干燥品计算，含$C_{14}H_{20}N_2O_3 \cdot HCl$应为98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭，味苦。

本品在水中易溶，在乙醇中微溶，在丙酮中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约0.1g，加水10ml溶解后，加藻红少许，振摇，即显浅红色，加二氯甲烷5ml，振摇，二氯甲烷层显浅红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

(3)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **酸度** 取本品1.0g，加水10ml溶解后，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为2.5～4.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品1.75g，加水10ml使溶解，溶液应澄清无色；如显色，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在390nm的波长处测定吸光度，不得过0.05。

有关物质 临用新制。取本品2.0g，精密称定，精密加乙腈10ml，振摇10分钟，滤过，精密量取续滤液2ml，置10ml量瓶中，用辛烷磺酸钠溶液（取辛烷磺酸钠2.16g，加水溶解并稀释至1000ml，用冰醋酸调节pH值至3.0）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取对氨基酚对照品与对乙酰氨基酚对照品适量，精密称定，加乙腈溶解并定量稀释制成每1ml中约含对氨基酚0.1mg与对乙酰氨基酚0.8mg的混合溶液，精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以辛烷磺酸钠溶液（取辛烷磺酸钠2.16g，加水溶解并稀释至1000ml，用冰醋酸调节pH值至3.0）-乙腈（70∶30）为流动相，检测波长为246nm。取对照品溶液20μl注入液相色谱仪，对氨基酚与对乙酰氨基酚的相对保留时间约为1.6，对氨基酚峰、对乙酰氨基酚峰与相邻杂质峰的分离度均应符合要求。取对照品溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使对氨基酚色谱峰的峰高约为满量程的20%；精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至对氨基酚峰保留时间的2倍；供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液中对氨基酚与对乙酰氨基酚保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含对氨基酚不得过0.0025%，含对乙酰氨基酚不得过0.02%；其他单个杂质峰面积乘以1.6后不得大于对照品溶液中对乙酰氨基酚峰面积的3.2倍（0.1%）；其他杂质峰面积的和乘以1.6后不得大于对照品溶液中对乙酰氨基酚峰面积的6.4倍（0.2%）。供试品溶液色谱图中任何乘以1.6后小于对照品溶液中对乙酰氨基酚峰面积0.01倍的色谱峰忽略不计。

残留溶剂 甲醇、乙醇、丙酮与二氯甲烷 取本品约0.5g，精密称定，置顶空瓶中，精密加水5ml使溶解，密封，作为供试品溶液；另取甲醇、乙醇、丙酮与二氯甲烷适量，精密称定，加水定量稀释制成每1ml中分别含甲醇0.3mg、乙醇0.5mg、丙酮0.5mg与二氯甲烷60μg的混合溶液，精密量取5ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第二法）试验，以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管色谱柱；起始温度50℃，维持7分钟，以每分钟25℃的速率升温至200℃，维持5分钟；进样口温度为150℃；检测器温度为250℃；顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

细菌内毒素 取本品，用细菌内毒素检查用水制成每1ml中含盐酸丙帕他莫1.65mg的溶液，依法检查（附录Ⅺ E），每1mg盐酸丙帕他莫中含内毒素的量应小于0.050EU。

无菌 取本品，加灭菌注射用水制成每1ml中含0.2g的溶液，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

【含量测定】 取本品0.25g，精密称定，加冰醋酸与醋酐各25ml使溶解，照电位滴定法（附录Ⅶ A），用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于30.08mg的$C_{14}H_{20}N_2O_3 \cdot HCl$。

【类别】 解热镇痛药。

【贮藏】 密封，在阴凉干燥处保存。

【制剂】 注射用盐酸丙帕他莫

盐酸布替萘芬凝胶

Yansuan Butinaifen Ningjiao

Butenafine Hydrochloride Gel

本品含盐酸布替萘芬($C_{23}H_{27}N \cdot HCl$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色透明凝胶。

【鉴别】 (1)取本品适量,加甲醇制成每1ml中约含盐酸布替萘芬20μg的溶液,滤过,滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在282nm的波长处有最大吸收,在244nm的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 照含量测定项下的方法,自"取本品适量"起,至"摇匀,滤过",同法操作,取续滤液作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的15%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

其他 应符合凝胶剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ U)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-醋酸钠溶液(取醋酸钠6.8g,加三乙胺0.6ml,加水溶解并稀释至1000ml,再滴加冰醋酸,调节pH值至4.0)(73∶27)为流动相;检测波长为282nm。理论板数按盐酸布替萘芬峰计算不低于2000。

测定法 取本品适量(约相当于盐酸布替萘芬25mg),精密称定,置50ml烧杯中,加饱和氯化钠溶液2.5ml,搅拌使凝胶变稀、分散,加入少量甲醇,待凝胶收缩成团后,将溶液转移至50ml量瓶中,再用甲醇适量分4～5次洗涤残留物,洗液并入量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液5ml,置25ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取盐酸布替萘芬对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含100μg的溶液,作为对照品溶液。精密量取上述两种溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同布替萘芬。

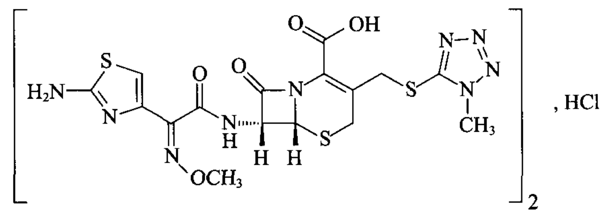
【规格】 (1)6g∶0.06g (2)10g∶0.1g (3)15g∶0.15g

【贮藏】 密闭,在阴凉处保存,并应防止冰冻。

盐酸头孢甲肟

Yansuan Toubaojiawo

Cefmenoxime Hydrochloride



$(C_{16}H_{17}N_9O_5S_3)_2 \cdot HCl$ 1059.58

本品为(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-氨基-4-噻唑基)-2-甲氧亚氨基乙酰氨基]-3-[[(1-甲基-1*H*-四唑-5-基)-硫]甲基]-8-氧代-5-硫杂-1-氮杂双环[4.2.0]辛-2-烯-2-甲酸盐酸盐(2∶1)。按无水物计算,含$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$不得少于89.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶或结晶性粉末;有引湿性。

本品在甲酰胺中易溶,在甲醇中微溶,在水中极微溶解,在乙醇中不溶;在pH 6.8磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾6.4g与磷酸氢二钠18.9g,加水750ml溶解,用1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至6.8±0.1,加水稀释至1000ml)中易溶。

比旋度 取本品,精密称定,加上述pH 6.8磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为−27°至−35°。

吸收系数 取本品,精密称定,加上述pH 6.8磷酸盐缓冲液溶解并定量稀释制成每1ml中约含15μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在257nm的波长处测定,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为335～360。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(3)取本品10mg,加0.5%碳酸钠溶液1ml溶解,再加冰醋酸5ml及硝酸银试液2滴,生成白色沉淀。

【检查】 **酸度** 取本品,加水制成每1ml中含10mg的混悬液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为2.5～4.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份,各0.55g,分别加2%碳酸钠溶液5ml溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色7号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

有关物质 临用现配。取本品约20mg,精密称定,加上述pH 6.8磷酸盐缓冲液4ml使溶解后,用流动相A稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液适量,加流动相A定量稀释制成每1ml中含2μg的

溶液，作为对照溶液；精密称取1-甲基-5-巯基-四氮唑对照品适量，加流动相A溶解并定量稀释制成每1ml中约含2μg的溶液，作为1-甲基-5-巯基-四氮唑对照品溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（250mm×4.6mm，5μm）；流动相A为水-冰醋酸-乙腈（85∶1.7∶15），流动相B为水-冰醋酸-乙腈（50∶1.7∶50），按下表进行线性梯度洗脱；检测波长为254nm。取盐酸头孢甲肟对照品10mg，加1mol/L氢氧化钠溶液0.5ml，放置30分钟，加1mol/L盐酸溶液0.5ml中和，加上述pH 6.8磷酸盐缓冲液2ml使溶解，用流动相稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，头孢甲肟峰的保留时间约为10分钟，与相邻分解产物峰（相对保留时间约为0.77）的分离度应不小于4.5。取盐酸头孢甲肟对照品约20mg，加上述pH 6.8磷酸盐缓冲液4ml使溶解，加1-甲基-5巯基-四氮唑峰对照品溶液稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，头孢甲肟峰与1-甲基-5巯基-四氮唑峰的分离度应不小于12.0。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的10%，再分别精密量取供试品溶液、1-甲基-5-巯基-四氮唑对照品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，含1-甲基-5-巯基-四氮唑按外标法以峰面积计算，不得过1.0%；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍（3.0%）。供试品溶液中任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

时间	流动相A（%）	流动相B（%）
0	100	0
10	100	0
40	0	100
50	0	100
51	100	0
60	100	0

头孢甲肟聚合物　照分子排阻色谱法（附录Ⅴ H）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用葡聚糖凝胶G-10（40～120μm）为填充剂，玻璃柱内径1.0～1.4cm，柱长30～45cm。以pH 7.0的0.1mol/L磷酸盐缓冲液[0.1mol/L磷酸氢二钠溶液-0.1mol/L磷酸二氢钠溶液（61∶39）]为流动相A，以水为流动相B，流速约为每分钟1.0ml，检测波长为254nm。取0.2mg/ml蓝色葡聚糖2000溶液100～200μl，注入液相色谱仪，分别以流动相A、B为流动相，记录色谱图，理论板数按蓝色葡聚糖2000峰计算均不低于700，拖尾因子均应小于2.0。在两种流动相系统中，蓝色葡聚糖2000峰的保留时间比值应在0.93～1.07之间，对照溶液主峰和供试品溶液中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖2000峰的保留时间的比值均应在0.93～1.07之间。取盐酸头孢甲肟约0.2g与无水碳酸钠40mg，置10ml量瓶中，用0.2mg/ml的蓝色葡聚糖2000溶液溶解并稀释至刻度，摇匀。取100～200μl注入液相色谱仪，用流动相A进行测定，记录色谱图。高聚体的峰高与单体和高聚体之间的谷高比应大于1.5。另以流动相B为流动相，精密量取对照溶液100～200μl，连续进样5次，峰面积的相对标准偏差应不大于5.0%。

对照溶液的制备　取盐酸头孢甲肟对照品约21mg，精密称定，置500ml量瓶中，加pH 7.0磷酸盐缓冲液5ml使溶解，用水稀释至刻度，摇匀。

测定法　取本品约0.2g与无水碳酸钠50mg，精密称定，置10ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。立即精密量取100～200μl注入液相色谱仪，以流动相A为流动相进行测定，记录色谱图。另精密量取对照溶液100～200μl注入液相色谱仪，以流动相B为流动相，同法测定。按外标法以峰面积计算，含头孢甲肟聚合物以头孢甲肟计，不得过0.5%。

残留溶剂　取本品约0.1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入二甲基甲酰胺2ml使溶解，密封，作为供试品溶液；取四氢呋喃、二氯甲烷、乙酸乙酯和乙醇各适量，精密称定，加二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中分别约含0.036mg、0.03mg、0.25mg和0.25mg的混合溶液，精密量取2.0ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第二法）测定，以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱，起始温度60℃，维持10分钟，再以每分钟20℃的速率升至180℃，维持2分钟；检测器温度为250℃；进样口温度为200℃。顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为30分钟，进样体积为1.0ml。取对照品溶液顶空进样，各峰之间的分离度应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算。含四氢呋喃、二氯甲烷、乙酸乙酯和乙醇均应符合规定。

水分　取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法A）测定，含水分不得过1.5%。

重金属　取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

可见异物　取本品5份，每份各2.0g，加0.5%碳酸钠溶液（经0.45μm滤膜滤过）溶解，依法检查（附录Ⅸ H）应符合规定。

不溶性微粒　取本品，加0.5%碳酸钠溶液（经0.45μm滤膜滤过）溶解制成每1ml中含20mg的溶液，依法检查（附录Ⅸ C），每1g样品中含10μm以上的微粒不得过6000粒，含25μm以上的微粒不得过600粒。

细菌内毒素　取本品，加碳酸钠溶液（称取经170℃加热4小时以上的碳酸钠2.0g，加注射用水溶解并稀释至100ml）溶解并稀释制成每1ml中含头孢甲肟80mg的溶液，依法检查（附录Ⅺ E），每1mg头孢甲肟中含内毒素的量应小于0.083EU。

无菌　取本品，加2%无菌碳酸钠溶液溶解并稀释制成

每1ml中含10mg的溶液，用薄膜过滤法处理，用pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗（每膜不少于800ml），以大肠埃希菌为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水-冰醋酸-乙腈（85∶1.7∶15）为流动相；检测波长为254nm。取盐酸头孢甲肟对照品10mg，加1mol/L氢氧化钠溶液0.5ml，放置30分钟，加1mol/L盐酸溶液0.5ml中和，加pH 6.8磷酸盐缓冲液2ml使溶解，用流动相稀释制成每1ml中约含40μg的溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，头孢甲肟峰的保留时间约为10分钟，与相邻分解产物峰（相对保留时间约为0.77）的分离度应不小于4.5。

测定法 取本品约20mg，精密称定，加上述pH 6.8磷酸盐缓冲液4ml使溶解，用流动相定量稀释制成每1ml中约含40μg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸头孢甲肟对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算出供试品中$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$的含量。

【类别】 β-内酰胺类抗生素，头孢菌素类。

【贮藏】 密封，在凉暗干燥处保存。

【制剂】 注射用盐酸头孢甲肟

注射用盐酸头孢甲肟

Zhusheyong Yansuan Toubaojiawo

Cefmenoxime Hydrochloride for Injection

本品为盐酸头孢甲肟加适量无水碳酸钠为助溶剂制成的无菌粉末。按平均装量计算，含头孢甲肟（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$）应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色至淡黄色结晶或结晶性粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量，加pH 6.8磷酸盐缓冲液制成每1ml中约含头孢甲肟15μg的溶液，照紫外-可见光光度法（附录Ⅳ A）测定，在232nm的波长处有最大吸收。

(3)取本品适量，加稀酸，即泡腾，发生二氧化碳，导入氢氧化钙试液中，即生成白色沉淀。

【检查】 **酸碱度** 取本品，加水制成每1ml中约含头孢甲肟0.1g的溶液，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为6.4～7.9。

溶液的澄清度与颜色 取本品5瓶，按标示量分别加水制成每1ml中含头孢甲肟0.1g的溶液，溶液应澄清无色，如显浑浊，与1号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，均不得更浓；如显色，与黄色或黄绿色7号标准比色液（附录Ⅸ A第一法）比较，均不得更深。

有关物质 临用新制。称取本品内容物适量，加水适量使溶解，再用流动相A稀释制成每1ml中约含头孢甲肟0.2mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，加流动相A定量稀释制成每1ml中含头孢甲肟2μg的溶液，作为对照溶液，照盐酸头孢甲肟项下的方法测定，供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍（1.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的4倍（4.0%）。

头孢甲肟聚合物 精密称取本品内容物适量（相当于头孢甲肟约0.2g），置10ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。照盐酸头孢甲肟项下的方法测定，含头孢甲肟聚合物以头孢甲肟计，不得过1.0%。

干燥失重 取本品，在60℃减压干燥3小时，减失重量不得过1.5%（附录Ⅷ L）。

不溶性微粒 取本品，按标示量加微粒检查用水制成每1ml中含20mg的溶液，依法检查（附录Ⅸ C），标示量为1.0g以下的折算为每1.0g样品中含10μm以上微粒不得过6000粒，含25μm以上的微粒不得过600粒；标示量为1.0g以上（包括1.0g）的每个供试品容器中含10μm以上微粒不得过6000粒，含25μm以上的微粒不得过600粒。

细菌内毒素 取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每1mg头孢甲肟中含内毒素的量应小于0.083EU。

无菌 取本品，加pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液溶解并稀释制成每1ml中含10mg的溶液，用薄膜过滤法处理，用上述缓冲液分次冲洗（每膜不少于800ml），以大肠埃希菌为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物，混合均匀。精密称取适量，加水适量使溶解，再用流动相定量稀释制成每1ml中约含头孢甲肟40μg的溶液，照盐酸头孢甲肟项下的方法测定，即得。

【类别】 同盐酸头孢甲肟。

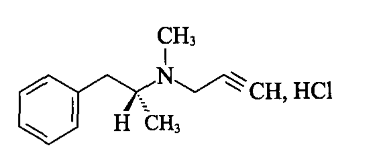
【规格】 按$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g (4)2.0g

【贮藏】 遮光，密闭，在阴凉干燥处保存。

盐酸司来吉兰

Yansuan Silaijilan

Selegiline Hydrochloride



$C_{13}H_{17}N \cdot HCl$ 223.75

本品为(R)-N,α-二甲基-N-2-丙炔基苯乙胺盐酸盐。按干燥品计算，含$C_{13}H_{17}N \cdot HCl$应为98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或结晶性粉末。

本品在水、甲醇或乙醇中易溶，在乙醚中几乎不溶。

熔点 本品的熔点（附录Ⅵ C）为141～145℃。

比旋度 取本品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml含100mg的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为－10.0°至－12.0°。

【鉴别】 （1）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（2）取本品，加水溶解并定量稀释制成每1ml中含0.5mg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），于200～300nm的波长范围内测定吸光度，在252nm、257nm与263nm的波长处有最大吸收。

（3）本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

（4）本品的水溶液显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **酸度** 取本品0.20g，加水10ml溶解后，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为3.5～4.5。

有关物质 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含盐酸司来吉兰1mg的溶液，作为供试品溶液；另取盐酸甲基安非他明对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.01mg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，取对照品溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。再精密量取上述两种溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如有盐酸甲基安非他明峰，其峰面积不得大于对照品溶液的主峰面积（1.0%），其他单个杂质峰的面积不得大于总峰面积的0.2%，其他各杂质峰面积的和不得大于总峰面积的1.0%。

***S*-异构体** 精密称取本品约20mg，置10ml量瓶中，加异丙醇1ml与正丁胺10μl，振摇使盐酸司来吉兰溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密称取盐酸司来吉兰消旋对照品8mg，置10ml量瓶中，加异丙醇1ml与正丁胺10μl，振摇使溶解，用流动相稀释至刻度，作为系统适用性试验溶液；将供试品溶液用流动相稀释成制每1ml中约含10μg的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定，用涂有纤维素-三（3,5-二甲苯基氨基甲酸酯）的硅胶为填充剂（推荐OD-H或效能相当的色谱柱）；以环己烷-异丙醇（99.8：0.2）为流动相；检测波长为220nm。取系统适用性试验溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，盐酸司来吉兰和*S*-异构体两峰之间的分离度应符合要求。再分别精密量取对照溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中，如显*S*-异构体的色谱峰，其峰面积不得大于对照溶液的主峰面积（0.5%）。

残留溶剂 乙醇、乙醚与甲苯 取无水乙醇、无水乙醚与甲苯适量，精密称定，置同一量瓶中，加二甲基亚砜溶解并定量稀释制成每1ml中约含乙醇60μg、乙醚4.0μg与甲苯18μg的溶液，精密量取5ml置顶空瓶中，作为对照品溶液；另取本品约0.1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入二甲基亚砜5ml使溶解，作为供试品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第二法）测定。以5%苯基-95%甲基硅氧烷基共聚物为固定液（规格：30m×0.53mm）和6%氰丙基苯基-94%甲基硅基氧烷基共聚物为固定液（规格：30m×0.53mm）串联的毛细管柱；柱温起始温度为50℃，维持17分钟，以每分钟10℃的速率升温至100℃，维持5分钟，然后以每分钟40℃的速率升温至200℃，维持20分钟。理论板数按甲苯峰计算不低于1000，各峰间的分离度应符合要求。取上述两种溶液在90℃加热30分钟后，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，含乙醇、乙醚与甲苯的量分别不得过0.5%、0.5%与0.089%。

三氯甲烷 取三氯甲烷适量，精密称定，加二甲基亚砜定量稀释制成每1ml中约含0.3μg的溶液，作为对照品溶液；另取本品约50mg，精密称定，置10ml量瓶中，加二甲基亚砜溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第三法）测定，以6%氰丙基苯基-94%甲基硅氧烷基共聚物为固定液的毛细管柱（30m×0.53mm，如DB624）；柱温起始温度为50℃，维持12分钟，再以每分钟40℃的速率升温至200℃，维持15分钟；用电子捕获检测器检测。理论板数按三氯甲烷峰计算不低于1000。精密量取上述两种溶液各1μl，分别注入气相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，含三氯甲烷的量不得过0.006%。

干燥失重 取本品，在60℃减压干燥3小时，依法检查（附录Ⅷ L），减失重量不得过1.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.1mol/L磷酸二氢铵溶液（用磷酸调节pH值至3.1）-乙腈（80：20）为流动相；检测波长为205 nm。精密称取盐酸司来吉兰和盐酸甲基安非他明各适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中各约含0.1mg的混合溶液，摇匀，作为系统适用性溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，理论板数按盐酸司来吉兰峰计算不低于2000。盐酸司来吉兰峰与盐酸甲基安非他明峰的分离度应大于3.0。

测定法 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取盐酸司来吉兰对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 B型单胺氧化酶抑制药。

【贮藏】 遮光，密封，干燥处保存。

【制剂】 （1）盐酸司来吉兰片 （2）盐酸司来吉兰胶囊

盐酸司来吉兰片

Yansuan Silaijilan Pian

Selegiline Hydrochloride Tablets

本品含盐酸司来吉兰($C_{13}H_{17}N \cdot HCl$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含盐酸司来吉兰1mg的溶液，作为供试品溶液；另取盐酸甲基安非他明对照品适量，精密称定，用流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.01mg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，取对照品溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。再精密量取上述两种溶液各20μl分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如有盐酸甲基安非他明峰，其峰面积不得大于对照品溶液主峰面积的2倍(2.0%)。其他单个杂质峰的面积不得大于总峰面积的0.5%，其他各杂质峰面积的和不得大于总峰面积的2.0%。

S-异构体 取本品细粉适量(约相当于盐酸司来吉兰20mg)，置10ml量瓶中，加入异丙醇1ml和正丁胺10μl，振摇使盐酸司来吉兰溶解，用流动相稀释至刻度，作为供试品溶液。精密称取消旋盐酸司来吉兰对照品8mg，置10ml量瓶中，加入异丙醇1ml与正丁胺10μl，振摇使溶解，用流动相稀释至刻度，作为系统适用性试验溶液；取供试品溶液用流动相稀释成每1ml约含盐酸司来吉兰10μg的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定，用涂有纤维素-三(3,5-二甲苯基氨基甲酸酯)的硅胶为填充剂(推荐OD-H或效能相当的色谱柱)，以环己烷-异丙醇(99.8：0.2)为流动相；检测波长为220nm；取系统适用性试验溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。盐酸司来吉兰和S-异构体两峰之间的分离度应符合要求。再分别精密量取对照溶液与供试品溶液各20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中，如显S-异构体的色谱峰，其峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.5%)。

含量均匀度 取本品1片，置50 ml量瓶中，加流动相适量，振摇使盐酸司来吉兰溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，取溶液适量，离心10分钟，取上清液作为供试品溶液，照含量测定项下的方法，依法测定含量，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以水500ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作。经30分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另精密称取盐酸司来吉兰对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液作为对照品溶液，照含量测定项下的方法，依法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于盐酸司来吉兰25mg)，用流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，作为供试品溶液，照盐酸司来吉兰含量测定项下的方法测定，即得。

【类别】 同盐酸司来吉兰。

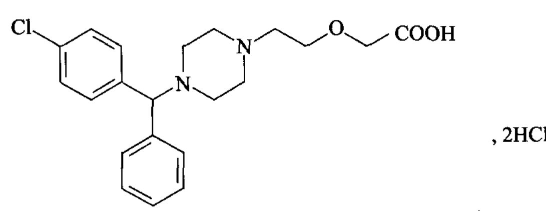
【规格】 5mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

盐酸西替利嗪

Yansuan Xitiliqin

Cetirizine Hydrochloride



$C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ 461.81

本品为(±)-2-{2-[4-[(4-氯苯基)苯甲基]-1-哌嗪基]乙氧基}乙酸二盐酸盐。按干燥品计算，含$C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末，无臭。

本品在水中易溶，在甲醇或乙醇中溶解，在三氯甲烷或丙酮中几乎不溶。

吸收系数 取本品约20mg，精密称定，置100ml量瓶中，加0.1mol/L盐酸溶液使溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取5ml，置100ml量瓶中，用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在231nm的波长处测定吸光度，吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为365～385。

【鉴别】 (1)取本品约10mg，加甲醇适量，振摇使溶解，用甲醇稀释至100ml，摇匀，作为供试品溶液；另取盐酸西替利嗪对照品适量，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取供试品溶液与对照品溶液各10μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以二氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(4：1：0.2)为展开剂，展开，晾干，置碘蒸气中显色后，立即检视，供试品溶液所显主斑点的颜色和位置应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)取本品，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml中含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在231nm的波长处有最大吸收，在218nm的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(4)本品的水溶液应显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度**　取本品约0.5g,加水10ml使溶解后,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为1.2～1.8。

溶液的澄清度与颜色　取本品1.0g,加水10ml使溶解,溶液应澄清无色;如显色,与黄绿色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

氯化物　取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ F第一法),应符合规定。

有关物质　取本品适量,加水使溶解并稀释制成每1ml中含0.2mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,加水稀释制成每1ml中含2μg的溶液,作为对照溶液;精密量取对照溶液适量,用水稀释制成每1ml中含0.2μg的溶液,作为检测限溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D),用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以乙腈-0.1%三乙胺的0.05mol/L磷酸二氢钠溶液(用磷酸调节pH值至3.0)(35∶65)为流动相,检测波长为230nm,理论板数按西替利嗪峰计算不低于4000。取检测限溶液20μl注入液相色谱仪,主峰信噪比应不小于10。取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录供试品溶液色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的1/2(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

干燥失重　取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】　取本品约0.18g,精密称定,加冰醋酸20ml溶解后,加醋酸汞试液5ml与结晶紫指示液1滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于23.09mg的$C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$。

【类别】　组胺H_1受体拮抗剂。

【贮藏】　密封保存。

【制剂】　(1)盐酸西替利嗪口服溶液　(2)盐酸西替利嗪片　(3)盐酸西替利嗪滴剂

盐酸西替利嗪口服溶液

Yansuan Xitiliqin Koufurongye

Cetirizine Hydrochloride Oral Solution

本品含盐酸西替利嗪($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为无色的澄清液体,味微甜。

【鉴别】　(1)取本品用水稀释制成每1ml中含20μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在231nm的波长处有最大吸收,在218nm的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH值**　应为3.8～5.8(附录Ⅵ H)。

其他　应符合口服溶液剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ O)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以0.1mol/L磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.7)-乙腈(60∶40)为流动相,检测波长为232nm,理论板数按盐酸西替利嗪峰计算不低于2000。

测定法　精密量取本品适量,用水稀释制成每1ml中含50μg的溶液,作为供试品溶液;另精密称取盐酸西替利嗪对照品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中含50μg的溶液,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】　同盐酸西替利嗪。

【规格】　10ml∶10mg

【贮藏】　遮光,密封,在阴凉处保存。

盐酸西替利嗪片

Yansuan Xitiliqin Pian

Cetirizine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸西替利嗪($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片或薄膜衣片,薄膜衣片除去包衣后,显白色或类白色。

【鉴别】　(1)取本品的细粉适量(约相当于盐酸西替利嗪40mg),置100ml量瓶中,加水使溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过;精密量取续滤液2ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在231nm的波长处有最大吸收,在218nm的波长处有最小吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **溶出度**　取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法

操作，经 30 分钟时，取溶液 10ml，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取盐酸西替利嗪对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 10μg 的溶液，作为对照品溶液。分别取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）在 230nm 的波长处测定吸光度，计算出每片的溶出量。限度为标示量的 80%，应符合规定。

含量均匀度 取本品 1 片，置 100ml 量瓶中，加水适量，充分振摇，使盐酸西替利嗪溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取盐酸西替利嗪对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 10μg 的溶液，作为对照品溶液。分别取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）在 230nm 的波长处测定吸光度，计算含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液（用磷酸调节 pH 值至 3.7）-乙腈（60∶40）为流动相；检测波长为 232nm。理论板数按盐酸西替利嗪峰计算不低于 2000。

测定法 取本品 20 片（薄膜衣片除去包衣），精密称定，研细，精密称取适量（约相当于盐酸西替利嗪 10mg），置 100ml 量瓶中，加水适量，超声使溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，弃去初滤液，取续滤液作为供试品溶液；另精密称取盐酸西替利嗪对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸西替利嗪。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

盐酸西替利嗪滴剂

Yansuan Xitiliqin Diji

Cetirizine Hydrochloride Drops

本品含盐酸西替利嗪（$C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$）应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄清液体，味甜略苦。

【鉴别】 （1）取本品适量，用水稀释制成每 1ml 中含 20μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在 231nm 的波长处有最大吸收，在 218nm 的波长处有最小吸收。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）本品显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **pH 值** 应为 5.5～7.5（附录Ⅵ H）。

溶液的颜色 取本品，与黄色 4 号标准比色液（附录Ⅸ A 第一法）比较，不得更深。

其他 应符合口服溶液剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ O）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液（用磷酸调节 pH 值至 3.7）-乙腈（60∶40）为流动相；检测波长为 232nm。理论板数按盐酸西替利嗪峰计算不低于 2000。

测定法 精密量取本品适量，用水稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，作为供试品溶液；另精密称取盐酸西替利嗪对照品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液；精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸西替利嗪。

【规格】 10ml∶0.1g

【贮藏】 密封，在阴凉处保存。

注射用盐酸曲马多

Zhusheyong Yansuan Qumaduo

Tramadol Hydrochloride for Injection

本品为盐酸曲马多的无菌冻干品。按平均装量计算，含盐酸曲马多（$C_{16}H_{25}NO_2 \cdot HCl$）应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 （1）取本品适量（约相当于盐酸曲马多 2mg），加枸橼酸醋酐试液 3～4 滴，在约 90℃ 的水浴中加热 3～5 分钟，即显紫红色。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）本品的水溶液应显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **酸度** 取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸曲马多 10mg 的溶液，依法测定（附录Ⅵ H），pH 值应为 5.0～7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品，加水溶解制成每 1ml 中含盐酸曲马多 50mg 的溶液，溶液应澄清无色；如显色，与黄色 1 号标准比色液（附录Ⅸ A 第一法）比较，不得更深。

有关物质 取本品，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 2mg 的溶液，作为供试品溶液；另精密称取顺式盐酸曲马多对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.2mg 的溶液，精密量取 3ml，置 100ml 量瓶中，精密加入供试品溶液 1ml，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对

照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使曲马多色谱峰的峰高约为满量程的 20%,顺式曲马多峰与曲马多峰的分离度应符合要求。再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有与顺式曲马多保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液中顺式曲马多峰面积(0.3%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中曲马多峰面积(1.0%)。

干燥失重 取本品,在 105℃干燥至恒重,减失重量不得过 3.0%(附录Ⅷ L)。

无菌 取本品,用 0.9%无菌氯化钠溶液 100ml 溶解,用薄膜过滤法处理后,以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每 1mg 盐酸曲马多中含内毒素的量应小于 0.50EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸钠缓冲溶液(取醋酸钠 3.6g,加冰醋酸 2ml,加水 900ml 溶解后,用冰醋酸调节 pH 值至 4.5,再用水稀释至 1000ml)-甲醇(65∶35)为流动相;检测波长为 271nm。理论板数按盐酸曲马多峰计算不低于 2000。

测定法 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸曲马多 0.5mg 的溶液,精密量取 20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取盐酸曲马多对照品,精密称定,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同盐酸曲马多。

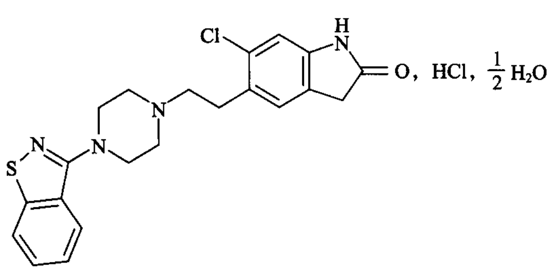
【规格】 (1)50mg (2)0.1g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

盐酸齐拉西酮

Yansuan Qilaxitong

Ziprasidone Hydrochloride



$C_{21}H_{21}ClN_4OS \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ 458.41

本品为 5-{2-[4-(1,2-苯并噻唑-3-基)-哌嗪]乙基}-6-氯-1,3-二氢-2*H*-吲哚-2-酮盐酸盐半水合物。按无水物计算,含 $C_{21}H_{21}ClN_4OS \cdot HCl$ 应为 98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色至淡橙红色结晶性粉末;有引湿性;无臭,无味。

本品在二甲基甲酰胺或甲醇中微溶,在二氯甲烷、无水乙醇或水中不溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(3)本品的乙醇溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质 1** 取本品适量,加甲醇-水-盐酸(20∶5∶0.01)溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,加上述溶剂定量稀释制成每 1ml 中含 2.5μg 的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%,再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 1.5 倍。供试品溶液的色谱图中齐拉西酮峰前如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

有关物质 2 取有关物质 1 项下的供试品溶液与对照溶液作为供试品溶液与对照溶液,照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾 6.8g,加水 900ml 溶解后,用 5mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.0,加水至 1000ml)-乙腈-甲醇(8∶11∶1)为流动相,检测波长为 229nm。取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%,再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。供试品溶液的色谱图中齐拉西酮峰后如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

有关物质 1 与有关物质 2 项下各杂质的总量不得过 1.5%。

残留溶剂 甲醇、乙醇、正己烷、二甲基甲酰胺、二氯甲烷、甲苯与四氢呋喃 取本品 0.25g,精密称定,精密加二甲基亚砜 5ml 溶解,作为供试品溶液;另精密称取甲醇、乙醇、正己烷、二甲基甲酰胺、二氯甲烷、甲苯与四氢呋喃适量,加二甲基亚砜定量稀释制成每 1ml 中分别约含 150μg、250μg、14.5μg、44μg、30μg、44.5μg 与 36μg 的混合溶液,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P 第三法)试验,用聚乙二醇(PEG-20M)(或极性相近)为固定液的毛细管柱;初始温度 40℃,维持 20 分钟,再以每分钟 10℃的速率升温至 220℃,维持 4 分钟;检测器温度为 250℃;进样口温度为 180℃。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M 第一法 A)测定,含水分应不得过3.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H 第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾6.8g,加水900ml溶解后,用磷酸调节pH值至3.0,加水至1000ml)-甲醇(3:2)为流动相;检测波长为229nm。理论板数按齐拉西酮峰计算不低于2000。

测定法 取本品约23mg,精密称定,置50ml量瓶中,加60%甲醇溶液适量,振摇使溶解,并稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取盐酸齐拉西酮对照品,同法测定,按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 抗精神失常药。

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

【制剂】 盐酸齐拉西酮片

盐酸齐拉西酮片

Yansuan Qilaxitong Pian

Ziprasidone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸齐拉西酮($C_{21}H_{21}N_4ClOS \cdot HCl$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为类白色至浅红色片或薄膜衣片,除去包衣后显类白色至浅红色。

【鉴别】 (1)取本品(薄膜衣片除去包衣)的细粉适量(约相当于盐酸齐拉西酮10mg),置50ml量瓶中,加溶出度项下的溶出介质溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过。取续滤液5ml,用上述溶剂稀释至25ml,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在316nm的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量,加乙醇振摇使盐酸齐拉西酮溶解,滤过,滤液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质1** 取本品细粉适量,加甲醇-水-盐酸(20:5:0.01)溶解并稀释制成每1ml中约含盐酸齐拉西酮0.5mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取适量,加上述溶剂定量稀释制成每1ml中含盐酸齐拉西酮2.5μg的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,再精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的1.5倍。供试品溶液的色谱图中齐拉西酮峰前如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

有关物质2 取有关物质1项下的供试品溶液与对照溶液作为供试品溶液与对照溶液,照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾6.8g,加水900ml溶解后,用5mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至6.0,加水至1000ml)-乙腈-甲醇(8:11:1)为流动相,检测波长为229nm。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中齐拉西酮峰后如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

有关物质1与有关物质2项下各杂质的总量不得过2.0%。

含量均匀度 取本品1片,置50ml量瓶中,加60%甲醇适量,超声15分钟,放冷,用60%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第二法),以醋酸-醋酸钠缓冲液(取醋酸钠4.0g,加冰醋酸16ml,加水溶解并稀释至1000ml,pH值为3.6)500ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经45分钟时,取溶液适量,滤过,取续滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在316nm的波长处测定吸光度;另精密量取含量测定项下对照品溶液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含40μg的溶液,同法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾6.8g,加水900ml溶解后,用磷酸调节pH值至3.0,加水至1000ml)-甲醇(3:2)为流动相;检测波长为229nm。理论板数按齐拉西酮峰计算不低于2000。

测定法 取本品20片(薄膜衣片除去包衣),精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸齐拉西酮20mg),置50ml量瓶中,加60%甲醇适量,超声使盐酸齐拉西酮溶解,用60%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取盐酸齐拉西酮对照品约20mg,精密称定,置50ml量瓶中,加60%甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同盐酸齐拉西酮。

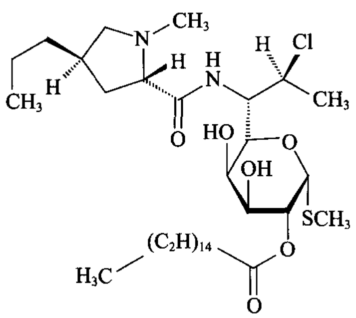
【规格】 20mg

【贮藏】 密封保存。

盐酸克林霉素棕榈酸酯

Yansuan kelinmeisu Zonglüsuanzhi

Clindamycin Palmitate Hydrochloride



$C_{34}H_{63}ClN_2O_6S \cdot HCl$　699.85

本品为甲基-7-氯-6,7,8-三脱氧-6-(1-甲基-反-4-丙基-L-2-吡咯烷甲酰氨基)-1-硫代-L-苏式-α-D-半乳辛吡喃糖甲苷-2-棕榈酸酯盐酸盐。按无水物计算,含克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)不得少于55.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末。

本品在乙醇或三氯甲烷中易溶,在水中溶解。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(3)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度** 取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为2.8～3.8。

有关物质 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用甲醇定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相A为0.005mol/L醋酸铵溶液-乙腈(50∶50),流动相B为乙腈,按下表进行线性梯度洗脱;检测波长为230nm。取克林霉素棕榈酸酯对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含20mg的溶液,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,克林霉素棕榈酸酯峰的保留时间约为32分钟,克林霉素棕榈酸酯峰与克林霉素B棕榈酸酯峰(相对保留时间约为0.96)间的分离度应不小于3.0。取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%,再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3.5倍(7.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	100	0
30	0	100
80	0	100
81	100	0
90	100	0

残留溶剂 乙醇、乙酸乙酯、丙酮、乙腈、二氯甲烷与三氯甲烷　取本品约0.4g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入二甲基甲酰胺-水(1∶4)5ml使溶解,密封,作为供试品溶液;另精密称取乙醇、乙酸乙酯、丙酮、乙腈、二氯甲烷与三氯甲烷各适量,用二甲基甲酰胺-水(1∶4)定量稀释制成每1ml中分别含乙醇约0.2mg、乙酸乙酯约0.2mg、丙酮约0.2mg、乙腈约33μg、二氯甲烷约48μg和三氯甲烷约5μg的混合溶液,精密量取5ml,置顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定,以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱,起始温度60℃,维持10分钟,再以每分钟20℃的速率升温至180℃,维持2分钟;进样口温度为200℃;检测器温度为250℃;顶空瓶平衡温度为90℃,平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样,各成分峰间的分离度均应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

甲苯、吡啶与二甲基甲酰胺　取本品适量,精密称定,加二氯甲烷制成每1ml中约含50mg的溶液,作为供试品溶液;另精密称取甲苯、吡啶与二甲基甲酰胺各适量,加二氯甲烷溶解并定量稀释制成每1ml中分别含甲苯约45μg、吡啶约10μg与二甲基甲酰胺约44μg的溶液,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第三法)测定,以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液(或极性相近)的毛细管柱为色谱柱,温度为90℃,进样口温度为200℃,检测器温度为250℃。取对照品溶液适量注入气相色谱仪,记录色谱图,各成分峰间的分离度均应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各适量,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过3.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.5%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以醋酸铵溶液(取醋酸铵3.85g,加5%醋酸溶液溶解并稀释至100ml)-0.21%丁二酸二辛酯磺酸钠甲醇溶液(4∶96)为流动相;检测器为示差折光检测器。取克林霉素棕榈酸酯对照品溶液20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图,克林霉素棕榈酸酯峰的保留时间约为15分钟,克林霉素棕榈酸酯峰与克林霉素B棕榈酸酯峰(相对保留时间约为0.90)间的分离度应不小于2.0。

测定法 取本品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀

释制成每1ml中约含18mg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取克林霉素棕榈酸酯对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$的含量。

【类别】 抗生素类药。

【贮藏】 密封，在阴凉干燥处保存。

【制剂】 (1)盐酸克林霉素棕榈酸酯干混悬剂 (2)盐酸克林霉素棕榈酸酯分散片 (3)盐酸克林霉素棕榈酸酯颗粒

盐酸克林霉素棕榈酸酯干混悬剂

Yansuan Kelinmeisu Zonglüsuanzhi Ganhunxuanji

Clindamycin Palmitate Hydrochloride for Suspension

本品含盐酸克林霉素棕榈酸酯按克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为类白色粒状物；气芳香。

【鉴别】 照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的鉴别(1)试验，显相同的结果。

【检查】 **酸度** 取本品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中约含克林霉素10mg的混悬液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为2.5～5.0。

有关物质 取本品细粉适量，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含克林霉素5.7mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用甲醇定量稀释制成每1ml中约含克林霉素114μg的溶液，作为对照溶液。照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的方法测定。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，除溶剂峰和辅料峰(相对保留时间小于0.13的峰)外，单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(2.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的4倍(8.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.4%十二烷基硫酸钠溶液500ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经15分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取克林霉素棕榈酸酯对照品适量，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含克林霉素75μg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的方法试验，精密量取供试品溶液与对照品溶液各50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算每袋的溶出量。限度为标示量的70%，应符合规定。

干燥失重 取本品，在60℃减压干燥至恒重，减失重量不得过2.0%(附录Ⅷ L)。

其他 除沉降体积比外应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ O)。

【含量测定】 取重量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量(约相当于克林霉素0.225g)，置50ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取克林霉素棕榈酸酯对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含克林霉素4.5mg的溶液，作为对照品溶液。照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的方法测定，即得。

【类别】 同盐酸克林霉素棕榈酸酯。

【规格】 0.5g：37.5mg(按$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$计)

【贮藏】 密封，在阴凉处保存。

盐酸克林霉素棕榈酸酯分散片

Yansuan Kelinmeisu Zonglüsuanzhi Fensanpian

Clindamycin Palmitate Hydrochloride Dispersible Tablets

本品含盐酸克林霉素棕榈酸酯按克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的鉴别(1)试验，显相同的结果。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含克林霉素5.7mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取适量，用甲醇定量稀释制成每1ml中约含克林霉素114μg的溶液，作为对照溶液。照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的方法测定。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，除溶剂峰和辅料峰(相对保留时间小于0.13的峰)外，单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(2.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的4倍(8.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.4%十二烷基硫酸钠溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作。经20分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取克林霉素棕榈酸酯对照品适量，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含克林霉素80μg的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的方法试验，精密量取供试品溶液与对照品溶液各50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品10片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于克林霉素0.225g)，置25ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液；另取克林霉素棕榈酸酯对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含克林霉素9mg的溶液，作为对照品溶液。照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的方法测定，即得。

【类别】 同盐酸克林霉素棕榈酸酯。

【规格】 75mg(按$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$计)

【贮藏】 密封保存。

盐酸克林霉素棕榈酸酯颗粒

Yansuan Kelinmeisu Zonglüsuanzhi Keli

Clindamycin Palmitate Hydrochloride Granules

本品含盐酸克林霉素棕榈酸酯按克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)计算,应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为可溶性颗粒。

【鉴别】 照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的鉴别(1)试验,显相同的结果。

【检查】 **酸度** 取本品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含克林霉素7.5mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为2.5～5.0。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过2.0%。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ N)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含克林霉素9mg的溶液。精密量取6ml,置具塞离心管中,精密加入三氯甲烷10ml后,再加碳酸钠溶液(30→100)1ml,充分振摇15分钟,以每分钟2500转离心10分钟,弃去水层,取三氯甲烷层3ml,置10ml量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置干燥试管中,用氮气吹干,精密加入流动相1ml,振摇使残留物溶解,作为供试品溶液;另取克林霉素棕榈酸酯对照品适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含克林霉素9mg的溶液,作为对照品溶液。照盐酸克林霉素棕榈酸酯项下的方法测定,即得。

【类别】 同盐酸克林霉素棕榈酸酯。

【规格】 按$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$计 (1)37.5mg (2)75mg (3)0.9g

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

注射用盐酸阿柔比星

Zhusheyong Yansuan Aroubixing

Aclarubicin Hydrochloride for Injection

本品为盐酸阿柔比星与适量乳糖经冷冻干燥制成的无菌制品。含盐酸阿柔比星以阿柔比星($C_{42}H_{53}NO_{15}$)计算,应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为黄色或淡橙黄色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度** 取本品,加水制成每1ml中含阿柔比星2mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.0～6.5。

溶液的澄清度 取本品5瓶,按标示量分别加水制成每1ml中含阿柔比星1mg的溶液,溶液应澄清;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓。

有关物质 取本品适量,加水溶解并稀释制成每1ml中约含阿柔比星1.0mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用水定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的30%,再精密量取供试品溶液和对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(3.0%)。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过3.5%。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每瓶含量计算,应符合规定(附录Ⅹ E)。

无菌 取本品,用适宜溶剂溶解后,转移至不少于500ml的0.9%无菌氯化钠溶液中,用薄膜过滤法处理后,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

异常毒性 取本品,加氯化钠注射液制成每1ml中含阿柔比星0.4mg的溶液,依法检查(附录Ⅺ C),按静脉注射法给药,应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg阿柔比星中含内毒素的量应小于2.5EU。

降压物质 取本品,加氯化钠注射液制成每1ml中含阿柔比星5mg的溶液,依法检查(附录Ⅺ G),剂量按猫体重每1kg注射1ml,应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以十二烷基硫酸钠溶液(取十二烷基硫酸钠1.44g和磷酸0.68ml,加水500ml使溶解)-乙腈-甲醇(500∶500∶60)为流动相;流速为每分钟2.0ml;检测波长260nm。取阿柔比星对照品适量,加乙腈制成每1ml中约含1mg的溶液,在日光灯(3500lx)下照射3小时,取此溶液10μl注入液相色谱仪,记录色谱图。主峰与最大杂质峰间的分离度应大于12,与光照破坏产生的相对保留时间约为0.96的杂质峰的分离度应大于1.0。

测定法 取本品10瓶,按标示量分别加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,精密量取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取阿柔比星对照品,用乙腈溶解,同法测定。按外标法以峰面积计算,求出10瓶的平均含量,即得。

【类别】 抗肿瘤抗生素类药。

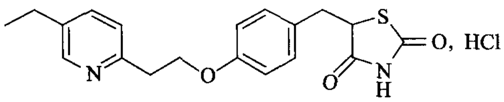
【规格】 按 $C_{42}H_{53}NO_{15}$ 计算 (1)10mg (2)20mg

【贮藏】 遮光，密封，在凉暗干燥处保存。

盐酸吡格列酮

Yansuan Bigelietong

Pioglitazone Hydrochloride



$C_{19}H_{20}N_2O_3S \cdot HCl$ 392.89

本品为(±)5-{4-〔2-(5-乙基-2-吡啶基)乙氧基〕苯甲基}-2,4-噻唑二酮盐酸盐，按干燥品计算，含 $C_{19}H_{20}N_2O_3S \cdot HCl$ 应为 98.0%～102.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭。

本品在甲醇中溶解，在乙醇或 0.1mol/L 盐酸溶液中微溶，在水或三氯甲烷中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品 10mg，加 0.1mol/L 盐酸溶液 10ml 使溶解，加碘化铋钾试液 2 滴，即产生橙红色沉淀。

(2)取本品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 222nm 与 269nm 的波长处有最大吸收，在 248nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(4)本品的甲醇溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.50g，加甲醇 10ml 溶解后，溶液应澄清无色。如显浑浊，与 1 号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，不得更浓；如显色，与黄色 2 号标准液(附录Ⅸ A 第一法)比较，不得更深。

残留溶剂 甲醇、乙醇、乙酸乙酯、二氯甲烷、三氯甲烷、四氢呋喃与 1,4-二氧六环 精密称取本品约 0.2g，置顶空瓶中，精密加入 *N*, *N*-二甲基甲酰胺 5ml 使溶解，密封，作为供试品溶液；另分别取甲醇、乙醇、乙酸乙酯、二氯甲烷、三氯甲烷、四氢呋喃、1,4-二氧六环适量，精密称定，用 *N*, *N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中各约含 0.12mg、0.2mg、0.2mg、0.024mg、0.0024mg、0.03mg 和 0.015mg 的溶液，精密量取 5ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P 第二法)试验。以聚乙二醇(或极性相近)为固定液的毛细管柱，起始柱温为 30℃，维持 10 分钟，以每分钟 20℃的速率升温至 200℃，维持 5 分钟；检测器温度为 240℃，进样口温度为 220℃。顶空瓶平衡温度为 85℃，平衡时间为 30 分钟。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

有关物质 取本品适量，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分峰的峰高约为满量程的 20%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，5-{4-〔2-(5-乙基-2-吡啶基)乙氧基〕苯基亚甲基}-2,4-噻唑二酮(杂质Ⅰ)的峰面积乘以 1.54 后不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

干燥失重 取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H 第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水-醋酸(600∶400∶1.2)(用浓氨溶液调节 pH 值至 6.0±0.1)为流动相；检测波长为 226nm。分别取盐酸吡格列酮和杂质Ⅰ各适量，加甲醇溶解制成每 1ml 中分别约含 500μg 和 5μg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，盐酸吡格列酮峰与杂质Ⅰ峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品约 25mg，精密称定，置 100ml 量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 5ml，置 25ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸吡格列酮对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液，同法测定；按外标法以峰面积计算，即得。

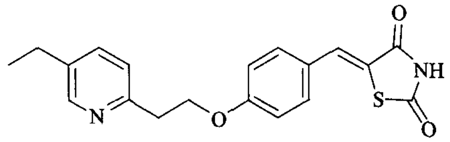
【类别】 降糖药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 (1)盐酸吡格列酮片 (2)盐酸吡格列酮胶囊

附：

杂质Ⅰ



$C_{19}H_{18}N_2O_3S$ 354.42

化学名：5-{4-〔2-(5-乙基-2-吡啶基)乙氧基〕苯基亚甲基}-2,4-噻唑二酮

英文名：5-〔4-〔2-(5-Ethyl-2-pyridinyl) ethoxy〕benzylidene〕-2,4-thiazolidinedione

盐酸吡格列酮片

Yansuan Bigelietong Pian

Pioglitazone Hydrochloride Tablets

本品含盐酸吡格列酮按吡格列酮($C_{19}H_{20}N_2O_3S$)计,应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片,或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于吡格列酮10mg),加0.1mol/L盐酸溶液10ml,超声使盐酸吡格列酮溶解,滤过,取续滤液加碘化铋钾试液2滴,即产生橙红色沉淀。

(2)取本品细粉适量,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含吡格列酮15μg的溶液,滤过,取滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在222nm与269nm的波长处有最大吸收,在248nm的波长处有最小吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取本品细粉适量(约相当于盐酸吡格列酮50mg),加甲醇10ml,振摇,滤过,滤液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量,加甲醇振摇使盐酸吡格列酮溶解并稀释制成每1ml中约含吡格列酮0.5mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml,置100ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%;再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,5-{4-[2-(5-乙基-2-吡啶基)乙氧基]苯基亚甲基}-2,4-噻唑二酮(杂质Ⅰ)的峰面积乘以1.54后不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品1片(15mg规格),置研钵中,研细,加0.1mol/L盐酸溶液适量,研磨使盐酸吡格列酮溶解,并完全转移至100ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过。精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在269nm的波长处测定吸光度;另取盐酸吡格列酮对照品适量,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含吡格列酮15μg的溶液,同法测定,计算每片的含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经30分钟时,取溶液10ml滤过,取续滤液(15mg规格)或精密量取续滤液5ml(30mg规格),置10ml量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在269nm的波长处测定吸光度;另取盐酸吡格列酮对照品适量,精密称定,加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中约含吡格列酮15μg的溶液,同法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水-醋酸(600∶400∶1.2)(用浓氨溶液调节pH值至6.0±0.1)为流动相;检测波长为226nm。分别取盐酸吡格列酮和杂质Ⅰ各适量,加甲醇溶解制成每1ml中分别约含500μg和5μg的混合溶液,取20μl注入液相色谱仪,盐酸吡格列酮峰与杂质Ⅰ峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于吡格列酮12.5mg),置50ml量瓶中,加甲醇适量,振摇,使盐酸吡格列酮溶解,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置25ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取盐酸吡格列酮对照品适量,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含吡格列酮50μg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同盐酸吡格列酮。

【规格】 按吡格列酮计 (1)15mg (2)30mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

盐酸吡格列酮胶囊

Yansuan Bigelietong Jiaonang

Pioglitazone Hydrochloride Capsules

本品含盐酸吡格列酮按吡格列酮($C_{19}H_{20}N_2O_3S$)计,应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒。

【鉴别】 (1)取本品的内容物细粉适量(约相当于盐酸吡格列酮10mg),加0.1mol/L盐酸溶液10ml,超声使盐酸吡格列酮溶解,滤过,取续滤液加碘化铋钾试液2滴,即产生橙红色沉淀。

(2)取本品的内容物细粉适量,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含吡格列酮15μg的溶液,滤过,取滤液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在222nm与269nm的波长处有最大吸收,在248nm的波长处有最小吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取本品的内容物细粉适量(约相当于盐酸吡格列酮

50mg)，加甲醇 10ml，振摇，滤过，滤液显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **有关物质** 取装量差异项下的内容物适量，加甲醇振摇使盐酸吡格列酮溶解并稀释制成每 1ml 中约含吡格列酮 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取供试品溶液 1ml，置 100ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，5-{4-[2-(5-乙基-2-吡啶基)乙氧基]苯基亚甲基}-2,4-噻唑二酮（杂质Ⅰ）的峰面积乘以 1.54 后不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍（0.5%）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品 1 粒（15mg 规格），将内容物倾出，置研钵中，研细，加 0.1mol/L 盐酸溶液适量，研磨使盐酸吡格列酮溶解，并完全转移至 100ml 量瓶中，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，滤过。精密量取续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在 269nm 的波长处测定吸光度；另取盐酸吡格列酮对照品适量，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吡格列酮 15μg 的溶液，同法测定，计算每粒的含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C 第一法），以 0.1mol/L 盐酸溶液 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液 10ml 滤过，取续滤液（15mg 规格）或精密量取续滤液 5ml（30mg 规格），置 10ml 量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在 269nm 的波长处测定吸光度；另取盐酸吡格列酮对照品适量，精密称定，加溶出介质溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吡格列酮 15μg 的溶液，同法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ E）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-水-醋酸（600∶400∶1.2）（用浓氨溶液调节 pH 值至 6.0±0.1）为流动相；检测波长为 226nm。分别取盐酸吡格列酮和杂质Ⅰ各适量，加甲醇溶解制成每 1ml 中分别约含 500μg 和 5μg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，盐酸吡格列酮峰与杂质Ⅰ峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品 20 粒，精密称定，计算平均装量，倾出的内容物或取装量差异项下的内容物（30mg 规格），混合均匀，研细，精密称取适量（约相当于吡格列酮 12.5mg），置 50ml 量瓶中，加甲醇适量，振摇，使盐酸吡格列酮溶解，用上述溶剂稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 25ml 量瓶中，用上述溶剂稀释至刻度，摇匀，精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸吡格列酮对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含吡格列酮 50μg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸吡格列酮。

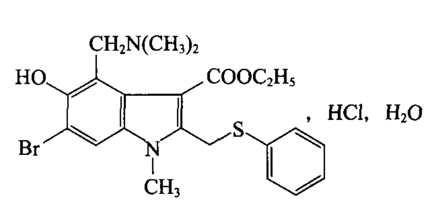
【规格】 按吡格列酮计 (1)15mg (2)30mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

盐酸阿比多尔

Yansuan Abiduo'er

Arbidol Hydrochloride



$C_{22}H_{25}BrN_2O_3S \cdot HCl \cdot H_2O$ 531.89

本品为 6-溴-4-二甲氨基甲基-5-羟基-1-甲基-2-苯基硫甲基吲哚-3-羧酸乙酯盐酸盐一水合物。按无水物计算，含 $C_{22}H_{26}ClBrN_2O_3S$ 应为 98.0%～102.0%。

【性状】 本品为类白色或微黄色结晶性粉末，味苦涩。

本品在甲醇中易溶，在乙醇或三氯甲烷中微溶，在丙酮或水中几乎不溶。

吸收系数 取本品，精密称定，加稀乙醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 12μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在 257nm 的波长处测定吸光度，吸收系数（$E_{1cm}^{1\%}$）为 385～409。

【鉴别】 (1)取本品约 5mg，加 50%醋酸溶液 5ml 使溶解，滴加稀碘化铋钾试液，即生成橙红色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

(4)取本品 0.1g，加乙醇 10ml 使溶解，滴加氨试液至沉淀完全，滤过，滤液显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **乙醇溶液的澄清度与颜色** 取本品 0.20g，加无水乙醇 10ml 使溶解，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，不得更深；如显色，与黄绿色 3 号或棕红色 3 号标准比色液（附录Ⅸ A 第一法）比较，不得更深。

酸度 取本品 50mg，加水 50ml，强烈振摇使成饱和溶液，依法测定（附录Ⅵ H），pH 值应为 4.0～6.0。

有关物质 取本品，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.3mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 3μg 的溶液，作为对照溶液。照含

量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

水分 取本品，照水分测定法(附录Ⅷ M 第一法 A)测定，含水分应为 3.0%～4.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H 第二法)，含重金属不得过百万分之十。

残留溶剂 乙醇与丙酮 精密称取本品适量，加 *N*,*N*-二甲基甲酰胺溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.04g 的溶液，作为供试品溶液。另精密称取乙醇、丙酮适量，加 *N*,*N*-二甲基甲酰胺溶解并稀释制成每 1ml 中含乙醇 0.2mg、丙酮 0.2mg 的溶液，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P 第三法)试验，以 5%二苯基-95%二甲基硅氧烷共聚物(或极性相近)为固定液的毛细管柱(30m×0.32mm，0.25μm)，进样口温度为 150℃；检测器温度为 250℃；分流比为 60∶1。初始温度 50℃，维持 5 分钟，以每分钟 10℃的速率升温至 200℃，维持 5 分钟。精密量取对照品溶液与供试品溶液各 1μl，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 1.1g，高氯酸铵 5.9g，加水适量使溶解，再加入三乙胺 13.2ml，混匀，用水稀释至 1000ml，用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇(30∶70)为流动相；检测波长为 255nm。理论板数按阿比多尔峰计算不低于 3500。

测定法 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液，精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸阿比多尔对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗感冒药。

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

【制剂】 盐酸阿比多尔颗粒

盐酸阿比多尔颗粒

Yansuan Abiduo'er Keli

Arbidol Hydrochloride Granules

本品含盐酸阿比多尔按阿比多尔($C_{22}H_{25}BrN_2O_3S$)计算，应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的颗粒，味微苦。

【鉴别】 (1)取本品的细粉约 100mg，加醋酸溶液(1→2)10ml，振摇使盐酸阿比多尔溶解，滤过，取续滤液，加碘化铋钾试液数滴，即产生橙红色沉淀。

(2)取含量测定项下的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 257nm 与 314nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取本品适量(约相当于阿比多尔 15mg)，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.3mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 3μg 的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以庚烷磺酸钠溶液(取庚烷磺酸钠 1.1g，高氯酸铵 5.9g，加水适量使溶解，再加入三乙胺 13.2ml，混匀，用水稀释至 1000ml，用磷酸调节 pH 值至 3.0)-甲醇(30∶70)为流动相，检测波长为 255nm。理论板数按阿比多尔峰计算不低于 3500。取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 10%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 1.5 倍(1.5%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第二法)，以 0.1mol/L 醋酸溶液 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液适量，滤过，取续滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在 314nm 的波长处测定吸光度；另取盐酸阿比多尔对照品适量(约相当于阿比多尔 11.1mg)，精密称定，置 100ml 量瓶中，加溶出介质溶解并稀释至刻度，摇匀，同法测定，计算每袋的溶出量。限度为标示量的 85%，应符合规定。

干燥失重 取本品，以五氧化二磷为干燥剂，在 80℃减压干燥至恒重，减失重量不得过 2.0%(附录Ⅷ L)。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ N)。

【含量测定】 取本品 10 袋，精密称定，研细，混合均匀，精密称取适量(约相当于阿比多尔 30mg)，置 100ml 量瓶中，加 0.1mol/L 盐酸溶液-无水乙醇(1∶1)使盐酸阿比多尔溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2ml，置 50ml 量瓶中，用 0.1 mol/L 盐酸溶液-无水乙醇(1∶1)稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在 314nm 的波长处测定吸光度；另取盐酸阿比多尔对照品适量(约相当于阿比多尔 12mg)，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液-无水乙醇(1∶1)溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 12μg 的溶液，同法测定，计算，即得。

【类别】 同盐酸阿比多尔。

【规格】 0.1g(按阿比多尔计)

【贮藏】 密封，阴凉处保存。

盐酸阿莫地喹片

Yansuan Amodikui Pian

Amodiaquine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸阿莫地喹按阿莫地喹($C_{20}H_{22}ClN_3O$)计算，应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显黄色。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于阿莫地喹50mg)，置分液漏斗中，加水20ml，振摇1分钟，加浓氨溶液1ml与三氯甲烷25ml，振摇2分钟，取三氯甲烷层，用三氯甲烷预洗过的脱脂棉滤过，取滤液蒸干，残留物在105℃干燥1小时，作为供试品；另取盐酸阿莫地喹对照品适量，同法处理。供试品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

(2)取溶出度检查项下的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在223nm与342nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于阿莫地喹50mg)，置100ml量瓶中，加水适量，超声使阿莫地喹溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取1ml，置200ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%，再精密量取供试品溶液及对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液5ml，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取盐酸阿莫地喹对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中含阿莫地喹7.5μg的溶液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在342nm波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾13.6g，加水溶解并稀释至2000ml，加高氯酸2.0ml，用磷酸调节pH值至2.5±0.5)(22∶78)为流动相；检测波长为224nm。理论板数按阿莫地喹峰计算不低于2000，阿莫地喹峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于阿莫地喹50mg)，置100ml量瓶中，加水适量，超声使阿莫地喹溶解，用水稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸阿莫地喹对照品适量，用水溶解并定量稀释制成每1ml中含阿莫地喹50μg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗疟药。

【规格】 0.15g(按阿莫地喹计)

【贮藏】 密封保存。

盐酸表柔比星注射液

Yansuan Biaoroubixing Zhusheye

Epirubicin Hydrochloride Injection

本品为盐酸表柔比星加适量盐酸和氯化钠制成的等渗无菌水溶液。含盐酸表柔比星($C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为红色的澄明液体。

【鉴别】 取本品适量，照盐酸表柔比星项下的鉴别(1)、(4)项试验，显相同的结果。

【检查】 **pH值** 应为2.5～4.5(附录Ⅵ H)。

有关物质 取本品适量，用含量测定项下的稀释剂溶解并稀释制成每1ml中约含盐酸表柔比星0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用稀释剂定量稀释制成每1ml中约含盐酸表柔比星5μg的溶液，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%；精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，多柔比星酮按校正后的峰面积计算(乘以校正因子0.7)不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)，多柔比星峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，各杂质峰面积(多柔比星酮按校正后的峰面积计算)的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(3.0%)。

渗透压摩尔浓度 取本品，依法检查(附录Ⅸ G)，渗透压摩尔浓度应为260～320mOsmol/kg。

降压物质 取本品，依法检查(附录Ⅺ G)，剂量按猫体重每1kg注射1mg，应符合规定。

细菌内毒素 取本品适量，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg盐酸表柔比星中含内毒素的量应小于1.1EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以缓冲液（取85%磷酸2.3g，加水稀释至1000ml，再加十二烷基硫酸钠2.88g，使溶解）-乙腈-甲醇（50∶45∶5）为流动相；检测波长为254nm。取多柔比星酮、盐酸多柔比星和盐酸表柔比星各适量，加稀释剂[缓冲液-乙腈-甲醇（250∶675∶75）]溶解并稀释制成每1ml中分别约含多柔比星酮30μg、盐酸多柔比星30μg和盐酸表柔比星100μg的混合溶液，取混合溶液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，上述三组分依次洗脱，多柔比星峰与表柔比星峰的分离度应大于2.0；表柔比星峰的拖尾因子应在0.8～1.4之间；理论板数按表柔比星峰计算不低于5000。

测定法 精密量取本品适量，用稀释剂定量稀释制成每1ml中含盐酸表柔比星0.1mg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸表柔比星对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸表柔比星。

【规格】 5ml∶10mg

【贮藏】 遮光，密闭，冷处（2～8℃）保存。

盐酸林可霉素滴耳液

Yansuan Linkemeisu Di'erye

Lincomycin Hydrochloride Ear Drops

本品含盐酸林可霉素按林可霉素（$C_{18}H_{34}N_2O_6S$）计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 （1）取本品与林可霉素对照品适量，分别加甲醇制成每1ml中约含10mg的溶液，作为供试品溶液和对照品溶液；另取林可霉素对照品和克林霉素对照品适量，加甲醇制成每1ml中各约含10mg的混合溶液，作为系统适用性试验溶液。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述3种溶液各2μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以乙酸乙酯-甲酸（1.5∶1）为展开剂，展开后，晾干，置碘蒸气中显色。系统适用性试验溶液中林可霉素和克林霉素应显示两个清晰分离的斑点；供试品溶液所显主斑点的颜色和位置应与对照品溶液主斑点相同。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）本品显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

以上（1）、（2）两项可选做一项。

【检查】 **pH值** 应为5.0～7.0（附录Ⅵ H）。

林可霉素B 照含量测定项下的方法测定，林可霉素B（相对保留时间约为0.53）峰面积不得过林可霉素与林可霉素B峰面积之和的5.0%。

有关物质 取本品作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。精密量取供试品溶液和对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍，供试品溶液色谱图中如有杂质峰，除辅料峰（相对保留时间在0.27以前的色谱峰）与林可霉素B峰外，与林可霉素峰相对保留时间约为0.72的色谱峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍（0.5%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%），其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍（2.0%）。供试品溶液中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

其他 应符合滴耳剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ Q）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以pH 6.1缓冲液（取34g磷酸溶于900ml水，用浓氨溶液调节pH值至6.1，加水稀释至1000ml）-甲醇-乙腈（77∶8∶15）为流动相；检测波长为210nm。取有关物质项下供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，林可霉素峰与相对保留时间约为0.72的色谱峰的分离度应大于5.0。

测定法 取本品适量，用流动相定量稀释成每1ml中约含林可霉素1mg的溶液，摇匀，精密量取10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取林可霉素对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸林可霉素。

【规格】 8ml∶180mg

【贮藏】 遮光，密封，在凉暗处保存。

盐酸林可霉素滴眼液

Yansuan Linkemeisu Diyanye

Lincomycin Hydrochloride Eye Drops

本品含盐酸林可霉素按林可霉素（$C_{18}H_{34}N_2O_6S$）计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 （1）取本品与林可霉素对照品适量，分别加甲醇制成每1ml中约含10mg的溶液，作为供试品溶液和对照品溶液，照盐酸林可霉素项下鉴别（1）项试验，显相同的结果。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）本品显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

以上（1）、（2）两项可选做一项。

【检查】 **pH值** 应为5.0～7.0（附录Ⅵ H）。

有关物质 取本品，用流动相稀释制成每1ml中含林可

霉素 4mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；精密量取对照溶液 1ml，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 2μg 的溶液，作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件，取灵敏度溶液 10μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，主成分峰高的信噪比应大于 5；精密量取供试品溶液和对照溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 5 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，除辅料峰（相对保留时间在 0.27 以前的色谱峰）、林可霉素 B 峰、苯甲酸峰、苯扎溴铵峰与羟苯乙酯峰（必要时，可用苯甲酸钠、苯扎溴铵和羟苯乙酯定位）外，与林可霉素峰相对保留时间约为 0.72 的色谱峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍（0.5%），其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（1.0%），其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍（2.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

林可霉素 B 照含量测定项下的方法测定，林可霉素 B 的峰面积不得过林可霉素与林可霉素 B 峰面积之和的 5.0%。

防腐剂 苯甲酸钠、苯扎溴铵与羟苯乙酯 精密称取苯甲酸钠、苯扎溴铵或羟苯乙酯对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含苯甲酸钠 8mg、苯扎溴铵 0.1mg 或羟苯乙酯 0.25mg 的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，取有关物质项下的供试品溶液和对照品溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品中如含苯甲酸钠、苯扎溴铵或羟苯乙酯，按外标法以峰面积计算含量，均应为标示量的 80.0%～120.0%。

渗透压摩尔浓度 取本品，依法检查（附录Ⅸ G），渗透压摩尔浓度比应为 0.9～1.1。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ G）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 pH 6.1 缓冲液（取磷酸 34g，溶于 900ml 水中，用浓氨溶液调节 pH 值至 6.1，加水稀释至 1000ml）-甲醇-乙腈（77∶8∶15）为流动相；检测波长为 210nm。取有关物质项下的供试品溶液 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，林可霉素峰与相对保留时间约为 0.72 的色谱峰的分离度应大于 5.0。

测定法 取本品适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含林可霉素 1mg 的溶液，摇匀，精密量取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取林可霉素对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸林可霉素。

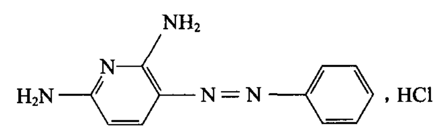
【规格】 8ml∶0.2g

【贮藏】 遮光，密封，在凉暗处保存。

盐酸非那吡啶

Yansuan Feinabiding

Phenazopyridine Hydrochloride



$C_{11}H_{11}N_5 \cdot HCl$ 249.70

本品为 2,6-二氨基-3-(苯偶氮基)吡啶盐酸盐。按干燥品计算，含 $C_{11}H_{11}N_5 \cdot HCl$ 应为 98.0%～102.0%。

【性状】 本品为淡红色或暗红色至暗紫色结晶或结晶性粉末；无臭，味微苦。

本品在水、甲醇或乙醇中微溶，在三氯甲烷中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品约 10mg，加甲醛试液-硫酸（1∶9）1ml，溶液即显紫黑色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **有关物质** 取本品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；另取 2,6-二氨基吡啶对照品与苯胺对照品各适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 1μg 与 0.5μg 的混合溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 50%。再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有与 2,6-二氨基吡啶、苯胺保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含 2,6-二氨基吡啶不得过 0.2%，含苯胺不得过 0.1%；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍（0.5%），其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。

干燥失重 取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 1.0%（附录Ⅷ L）。

水中不溶物 取本品 2.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加水 200ml，加热至沸使溶解，置水浴上加热 1 小时，趁热用经 105℃恒重的 4 号垂熔坩埚滤过，滤渣用热水充分洗涤，在 105℃干燥至恒重，遗留残渣不得过 0.1%。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过 0.2%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ

H 第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二铵 2.64g，加水 900ml 溶解后，用磷酸调节 pH 值至 3.0，加水使成 1000ml)-甲醇(50∶50)为流动相，检测波长为 240nm。取盐酸非那吡啶、2,6-二氨基吡啶与苯胺适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg、1μg 与 0.5μg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按盐酸非那吡啶峰计算不低于 2000，2,6-二氨基吡啶峰、苯胺峰与盐酸非那吡啶峰间的分离度均应符合要求。

测定法 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液，精密量取 20μl 注入色谱仪，记录色谱图；另取盐酸非那吡啶对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 尿路止痛药。

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

【制剂】 盐酸非那吡啶片

盐酸非那吡啶片

Yansuan Feinabiding Pian

Phenazopyridine Hydrochloride Tablets

本品含盐酸非那吡啶($C_{11}H_{11}N_5 \cdot HCl$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显褐红色至暗红色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量，加硫酸乙醇溶液(1→360)溶解并稀释制成每 1ml 中约含盐酸非那吡啶 5μg 的溶液，摇匀，滤过，取续滤液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 239nm 与 392nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于盐酸非那吡啶 25mg)，精密称定，置 50ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；另取 2,6-二氨基吡啶对照品与苯胺对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中各约含 1μg 与 0.5μg 的混合溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 50%。再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有与 2,6-二氨基吡啶、苯胺保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，含 2,6-二氨基吡啶不得过标示量的 0.2%，含苯胺不得过标示量的 0.1%；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)，其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第二法)测定，以水 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 45 分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液 3ml，置 50ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在 422nm 的波长处测定吸光度。另取盐酸非那吡啶对照品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 6.7μg 的溶液，同法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二铵 2.64g，加水 900ml 溶解后，用磷酸调节 pH 值至 3.0，加水使成 1000ml)-甲醇(50∶50)为流动相；检测波长为 240nm。取盐酸非那吡啶、2,6-二氨基吡啶与苯胺各适量，加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.5mg、1μg 与 0.5μg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按盐酸非那吡啶峰计算不低于 2000，2,6-二氨基吡啶峰、苯胺峰与盐酸非那吡啶峰的分离度均应符合要求。

测定法 取本品 20 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于盐酸非那吡啶 25mg)，置 50ml 量瓶中，加流动相适量，振摇使盐酸非那吡啶溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 25ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸非那吡啶对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸非那吡啶。

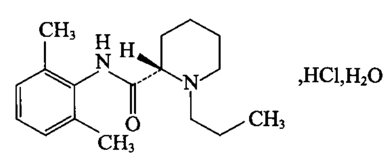
【规格】 0.1g

【贮藏】 密封，在干燥处保存。

盐酸罗哌卡因

Yansuan Luopaikayin

Ropivacaine Hydrochloride



$C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$ 310.88

$C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl \cdot H_2O$ 328.88

本品为 *S*-(-)-1-丙基-*N*-(2,6-二甲苯基)-2-哌啶甲酰胺盐酸

盐一水合物或其无水物。按无水物计算，含 $C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$ 不得少于98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶或结晶性粉末；无臭。

本品在乙醇中易溶，在水中溶解，在乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含20mg的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为−6.5°至−9.0°。

【鉴别】 (1)取本品，加0.01mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中含0.3mg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在262nm的波长处有最大吸收，在270nm的波长处有一肩峰。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。

(3)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **酸度** 取本品0.5g，加水50ml溶解后，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为4.0～6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品0.2g，加水10ml溶解后，溶液应澄清无色。

有关物质 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含2.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置1000ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；取2,6-二甲基苯胺对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1μg的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-磷酸盐缓冲液（取1mol/L磷酸二氢钠溶液1.3ml，0.5mol/L磷酸氢二钠溶液32.5ml，加水至1000 ml，调节pH值至8.0）(50∶50)为流动相；检测波长为240nm。取盐酸布比卡因与盐酸罗哌卡因各适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中分别含10μg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，盐酸布比卡因峰与盐酸罗哌卡因峰的分离度应大于6.0，理论板数按盐酸罗哌卡因峰计算不低于2000。取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有与盐酸布比卡因保留时间一致的色谱峰，其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(0.2%)；如有与2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过0.001%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(0.15%)；杂质总量不得过0.5%。

右旋异构体 取本品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含1μg的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用α-酸糖蛋白柱(AGP，100mm×4.0mm，5μm适用)；以异丙醇-磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾2.72g，加水800ml溶解，用0.1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至7.1，加水稀释至1000ml）(10∶90)为流动相；检测波长为210nm。取右旋盐酸罗哌卡因对照品与盐酸罗哌卡因适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中分别含0.05mg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，右旋盐酸罗哌卡因峰与盐酸罗哌卡因峰的分离度应符合要求。取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪。供试品溶液色谱图中如有与右旋盐酸罗哌卡因保留时间一致的色谱峰，其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)。

残留溶剂 乙醇、丙酮、异丙醇、三氯甲烷、甲苯与*N*,*N*-二甲基甲酰胺 取本品0.5g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入二甲基亚砜5ml使溶解，密封，作为供试品溶液；另精密称取乙醇、丙酮、异丙醇、三氯甲烷、甲苯和*N*,*N*-二甲基甲酰胺各适量，用二甲基亚砜溶解并稀释制成每1ml中含乙醇500μg、丙酮500μg、异丙醇500μg、三氯甲烷6μg、甲苯89μg与*N*,*N*-二甲基甲酰胺88μg的混合溶液，精密量取5ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第二法）测定，以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度40℃，维持10分钟，以每分钟10℃的速率升温至240℃，维持20分钟；进样口温度为220℃；检测器温度为280℃；顶空瓶平衡温度为110℃，平衡时间为20分钟。取对照品溶液顶空进样，各色谱峰的分离度均应符合要求。再精密量取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

水分 取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法A）测定，盐酸罗哌卡因一水合物含水分应为5.0%～6.0%；盐酸罗哌卡因无水物含水分不得过2.0%。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 取本品约0.25g，精密称定，加水10ml与乙醇20ml溶解后，加酚酞指示液2滴，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于31.09mg的 $C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$。

【类别】 局麻药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 (1)盐酸罗哌卡因注射液 (2)注射用盐酸罗哌卡因

盐酸罗哌卡因注射液

Yansuan Luopaikayin Zhusheye

Ropivacaine Hydrochloride Injection

本品为盐酸罗哌卡因的灭菌水溶液。含盐酸罗哌卡因($C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量,用0.01mol/L盐酸溶液稀释制成每1ml中约含盐酸罗哌卡因0.3mg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在262nm的波长处有最大吸收,在270nm的波长处有一肩峰。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH值** 应为4.0～6.0(附录Ⅵ H)。

有关物质 精密量取本品适量,用流动相稀释制成每1ml中含盐酸罗哌卡因2.5mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;取2,6-二甲基苯胺对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1μg的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中,如有与2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过标示量的0.01%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%);杂质总量不得过1.0%。

右旋异构体 取本品适量,用流动相稀释制成每1ml中含盐酸罗哌卡因0.1mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用α-酸糖蛋白柱(AGP,100mm×4.0mm,5μm适用);以异丙醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾2.72g,加水800ml溶解,用0.1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至7.1,加水稀释至1000ml)(10：90)为流动相;检测波长为210nm。取右旋盐酸罗哌卡因对照品与盐酸罗哌卡因适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中分别含0.05mg的混合溶液,取20μl,注入液相色谱仪,右旋盐酸罗哌卡因峰与盐酸罗哌卡因峰的分离度应符合要求。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪。供试品溶液色谱图中如有与右旋盐酸罗哌卡因保留时间一致的色谱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)。

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(附录Ⅸ G),渗透压摩尔浓度应为260～320mOsmol/kg。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg盐酸罗哌卡因中含内毒素的量应小于0.05EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-磷酸盐缓冲液(取1mol/L磷酸二氢钠溶液1.3ml,0.5mol/L磷酸氢二钠溶液32.5ml,加水至1000ml,调节pH值至8.0)(50：50)为流动相;检测波长为240nm。取盐酸布比卡因与盐酸罗哌卡因各适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中各含10μg的混合溶液,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,盐酸布比卡因峰与盐酸罗哌卡因峰的分离度应大于6.0,理论板数按盐酸罗哌卡因峰计算不低于2000。

测定法 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每1ml中含盐酸罗哌卡因0.6mg的溶液,摇匀,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取盐酸罗哌卡因对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.6mg的溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同盐酸罗哌卡因。

【规格】 按$C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$计 (1)10ml：75mg (2)10ml：100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

注射用盐酸罗哌卡因

Zhusheyong Yansuan Luopaikayin

Ropivacaine Hydrochloride for Injection

本品为盐酸罗哌卡因的无菌冻干品。含盐酸罗哌卡因($C_{17}H_{26}N_2O \cdot HCl$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品适量,加0.01mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含盐酸罗哌卡因0.3mg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在262nm的波长处有最大吸收,在270nm的波长处有一肩峰。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度** 取溶液的澄清度与颜色项下的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为4.0～6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品5瓶,每瓶加水10ml溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,不得更浓;如显色,与黄色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

有关物质 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含盐酸罗哌卡因2.5mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;取2,6-二甲基苯胺对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1μg的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20μl,分别注

入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液色谱图中，如有与2,6-二甲基苯胺保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过标示量的0.01%，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)；杂质总量不得过1.0%。

右旋异构体　取装量差异项下的内容物，混合均匀，称取适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含盐酸罗哌卡因0.1mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用α-酸糖蛋白柱(AGP，100mm×4.0mm，5μm适用)；以异丙醇-磷酸盐缓冲液(取磷酸二氢钾2.72g，加水800ml溶解，用0.1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至7.1，加水稀释至1000ml)(10∶90)为流动相；检测波长为210nm。取右旋盐酸罗哌卡因对照品与盐酸罗哌卡因适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中分别含0.05mg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，右旋盐酸罗哌卡因峰与盐酸罗哌卡因峰的分离度应符合要求。取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪。供试品溶液色谱图中如有与右旋盐酸罗哌卡因保留时间一致的色谱峰，其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)。

细菌内毒素　取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg盐酸罗哌卡因中含内毒素的量应小于0.05EU。

水分　取本品，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法)测定，含水分不得过5.0%。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-磷酸盐缓冲液(取1mol/L磷酸二氢钠溶液1.3ml，0.5mol/L磷酸氢二钠溶液32.5ml，加水至1000 ml，用10%磷酸调节pH值至8.0)(50∶50)为流动相；检测波长为240nm。取盐酸布比卡因与盐酸罗哌卡因适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中分别含10μg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，盐酸布比卡因峰与盐酸罗哌卡因峰的分离度应大于6.0，理论板数按盐酸罗哌卡因峰计算不低于2000。

测定法　取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含盐酸罗哌卡因0.6mg的溶液，摇匀，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸罗哌卡因对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.6mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同盐酸罗哌卡因。

【规格】　75mg

【贮藏】　遮光，密闭保存。

盐酸特拉唑嗪片

Yansuan Telazuoqin Pian

Terazosin Hydrochloride Tablets

本品含盐酸特拉唑嗪按特拉唑嗪($C_{19}H_{25}N_5O_4$)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片。

【鉴别】　(1)取本品细粉适量(约相当于特拉唑嗪4mg)，加甲醇4ml，振摇15分钟，静置分层后，取上清液作为供试品溶液；另取盐酸特拉唑嗪对照品适量，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-二乙胺(40∶0.2∶3)为展开剂，展开后，晾干，置紫外光灯(254nm)下检视。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中含特拉唑嗪4μg的溶液，滤过，滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在246nm的波长处有最大吸收。

(4)取本品细粉适量，加水振摇，滤过，滤液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】　**有关物质**　临用新制。取本品细粉适量(约相当于特拉唑嗪12.5mg)，置25ml量瓶中，加溶剂Ⅰ[乙腈-水-盐酸(200∶800∶0.9)]适量，超声使盐酸特拉唑嗪溶解，放冷，用溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取0.5ml，置200ml量瓶中，用溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的30%；再分别精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，扣除相对保留时间0.45之前的辅料峰及溶剂峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(0.5%)；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的4倍(1.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.2倍的峰忽略不计。

含量均匀度　取本品1片，置100ml量瓶中，加溶剂Ⅰ适量，超声使盐酸特拉唑嗪溶解，用溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液照含量测定项下方法测定含量，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.1mol/L盐酸溶液500ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液滤过，弃去初滤液15ml，

取续滤液作为供试品溶液；另取盐酸特拉唑嗪对照品适量，加溶出介质溶解并稀释制成每1ml含4.0μg的溶液，作为对照品溶液。取上述两种溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A)，在246nm的波长处测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为标示量的85%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-高氯酸溶液（取三乙胺2ml，置1000ml水中，用高氯酸调节pH值至2.0）(20：80)为流动相；检测波长为246nm，理论板数按特拉唑嗪峰计算不低于3000。特拉唑嗪峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于特拉唑嗪2mg)，置100ml量瓶中，加溶剂Ⅰ适量，超声使盐酸特拉唑嗪溶解，放冷，用溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸特拉唑嗪对照品适量，加溶剂Ⅰ溶解并定量稀释制成每1ml中含特拉唑嗪20μg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸特拉唑嗪。

【规格】 2mg(按$C_{19}H_{25}N_5O_4$计)

【贮藏】 遮光，密封保存。

盐酸特拉唑嗪胶囊

Yansuan Telazuoqin Jiaonang

Terazosin Hydrochloride Capsules

本品含盐酸特拉唑嗪按特拉唑嗪($C_{19}H_{25}N_5O_4$)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中含特拉唑嗪4μg的溶液，滤过，滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在246nm的波长处有最大吸收。

(3)取本品的内容物适量，加水振摇，滤过，滤液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 临用新制。取本品内容物的细粉适量(约相当于特拉唑嗪12.5mg)，置25ml量瓶中，加溶剂Ⅰ[乙腈-水-盐酸(200：800：0.9)]适量，超声使盐酸特拉唑嗪溶解，放冷，用溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取0.5ml，置200ml量瓶中，用溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的30%。再分别精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，扣除相对保留时间0.45之前的辅料峰及溶剂峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(0.5%)；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的4倍(1.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.2倍的峰忽略不计。

含量均匀度 取本品1粒，将内容物倾入100ml(2mg规格)或50ml(1mg规格)量瓶中，囊壳用溶剂Ⅰ分次洗净，洗液并入量瓶中，超声使盐酸特拉唑嗪溶解，加溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液照含量测定项下方法测定含量，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以0.1mol/L盐酸溶液500ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经30分钟时，取溶液滤过，弃去初滤液15ml，取续滤液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在246nm的波长处测定吸光度；同时取空心胶囊同法操作测定空白值。另取盐酸特拉唑嗪对照品适量，加溶出介质溶解并定量稀释制成每1ml中含4μg(2mg规格)或2μg(1mg规格)的溶液，同法测定，计算每粒的溶出量。限度为标示量的85%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-高氯酸溶液(取三乙胺2ml，置1000ml水中，用高氯酸调节pH值至2.0)(20：80)为流动相；检测波长为246nm。理论板数按特拉唑嗪峰计算不低于3000。特拉唑嗪峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品20粒，精密称定，倾出内容物，囊壳用小刷拭净，再精密称定囊壳重量，求出平均装量。取内容物，研细，混合均匀，精密称取适量(约相当于特拉唑嗪2mg)，置100ml量瓶中，加溶剂Ⅰ适量，超声使盐酸特拉唑嗪溶解，放冷，用溶剂Ⅰ稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液10μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸特拉唑嗪对照品适量，加溶剂Ⅰ溶解并定量稀释制成每1ml中含20μg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸特拉唑嗪。

【规格】 按$C_{19}H_{25}N_5O_4$计 (1)1mg (2)2mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

注射用维库溴铵

Zhusheyong Weikuxiu'an

Vecuronium Bromide for Injection

本品为维库溴铵的无菌冻干品。含维库溴铵

($C_{34}H_{57}BrN_2O_4$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松状物。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加水2ml溶解后,加1,2-二氯乙烷1ml与甲基橙指示液1滴,振摇,分离,用硫酸酸化有机层,即显红色。

(2)取本品约10mg,加水10ml溶解后,滴加硝酸银试液,即生成淡黄色凝乳状沉淀,分离,沉淀能在氨试液中微溶,但在硝酸中几乎不溶。

【检查】 **溶液的澄清度** 取本品5瓶,各加水1ml,2分钟内应溶解,10分钟内应澄清。

酸度 取本品,加水溶解制成每1ml中含维库溴铵4mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为3.8～4.2。

干燥失重 取本品约0.15g(称样环境相对湿度不得过40%),在105℃干燥4小时,减失重量不得过4.0%(附录Ⅷ L)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每瓶含量计算,应符合规定(附录Ⅹ E)。

细菌内毒素 取本品1瓶,加1ml细菌内毒素检查用水溶解后,以盐酸三羟甲基氨基甲烷缓冲液(pH 7.2)适量稀释,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg维库溴铵中含内毒素的量应小于4.0EU。

无菌 取本品20瓶,分别加灭菌水溶解制成每1ml中含维库溴铵2mg的溶液,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以甲醇-氯化铵溶液(取氯化铵1.6g与浓氨溶液8ml,加0.25mol/L高氯酸溶液溶解并稀释至200ml,混匀)(800：200)为流动相;检测波长为210nm。理论板数按维库溴铵峰计算不低于3000,维库溴铵峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品10瓶,分别精密加入0.01mol/L盐酸溶液2ml,超声使维库溴铵溶解,分别精密量取10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取维库溴铵对照品,加0.01mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含2mg的溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算每瓶的含量,并求得10瓶的平均含量,即得。

【类别】 同维库溴铵。

【规格】 4mg

【贮藏】 密闭,在阴凉处保存。

附:盐酸三羟甲基氨基甲烷缓冲液(pH 7.2)的配制

成分	A液	
	盐酸三羟甲基氨基甲烷	15.8g
	细菌内毒素检查用水	100ml
	B液	
	三羟甲基氨基甲烷	1.2g
	细菌内毒素检查用水	10ml
配制	A液	100ml
	B液	10ml
	细菌内毒素检查用水加至	550ml

用0.1mol/L盐酸溶液或0.1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至7.2,用无热原的输液瓶分装,加塞压盖后121℃灭菌15分钟。

【检查】 (1)pH测定。

(2)细菌内毒素检查采用鲎试验法。

【贮藏】 输液瓶密封包装在室温下贮存1年。

注射用氯化钾

Zhusheyong Lühuajia

Potassium Chloride for Injection

本品为氯化钾的无菌粉末或无菌冻干品。按平均装量计算,含氯化钾(KCl)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色或白色结晶性粉末,或为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】 本品显钾盐与氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸度** 取本品,加水制成每1ml中含氯化钾0.1g的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.0～7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品5瓶,分别加水制成每1ml中含氯化钾0.1g的溶液,均应澄清无色。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过1.0%(无菌粉末)或不得过3.0%(无菌冻干品)(附录Ⅷ L)。

可见异物 取本品5瓶,分别加注射用水10ml使溶解,依法检查(附录Ⅸ H第一法),应符合规定。

重金属 取本品4.0g,加水20ml溶解后,加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml与水适量使成25ml,依法检查(附录Ⅷ H第一法),含重金属不得过百万分之五。

细菌内毒素 取本品,可用每1ml 0.06EU以上高灵敏度鲎试剂,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg氯化钾中含内毒素的量应小于0.12EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物约0.15g,精密称定,加水50ml溶解后,加2%糊精溶液5ml、2.5%硼砂溶液2ml与荧光黄指示液5～8滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于7.455mg的KCl。

【类别】 同氯化钾。

【规格】 (1)1.0g　(2)1.5g

【贮藏】 密闭保存。

注射用舒巴坦钠

Zhusheyong Shubatanna

Sulbactam Sodium Injection

本品为舒巴坦钠的无菌粉末。按无水物计算，含舒巴坦($C_8H_{11}NO_5S$)不得少于 88.6%；按平均装量计算，含舒巴坦($C_8H_{11}NO_5S$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；微有特臭；味微苦。

【鉴别】 照舒巴坦钠项下的鉴别试验，显相同的结果。

【检查】 **溶液的澄清度与颜色** 取本品 5 瓶，按标示量分别加水制成每 1ml 中含 50mg 溶液，溶液应澄清无色，如显浑浊，与 1 号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，均不得更浓；如显色，与黄色或黄绿色 3 号标准比色液(附录Ⅸ A 第一法)比较，均不得更深。

不溶性微粒 取本品，按标示量加微粒检查用水制成每 1ml 中含 100mg 的溶液，静置 10 分钟后，依法检查(附录Ⅸ C)，标示量为 1.0g 以下的折算为每 1.0g 样品中含 10μm 以上的微粒不得过 6000 粒，含 25μm 以上的微粒不得过 600 粒；标示量为 1.0g 以上(包括 1.0g)每个供试品容器中含 10μm 以上的微粒不得过 6000 粒，含 25μm 以上的微粒不得过 600 粒。

无菌 取本品，加 0.9%无菌氯化钠溶液溶解并制成每 1ml 中约含 2mg 的溶液，采用薄膜过滤法处理，用无菌 pH 7.0 氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗(每膜不少于 200ml)，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查(附录 Ⅺ H)，应符合规定。

酸度、有关物质、水分与细菌内毒素 照舒巴坦钠项下的方法检查，均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物，照舒巴坦钠项下的方法测定，即得。

【类别】 同舒巴坦钠。

【规格】 按 $C_8H_{11}NO_5S$ 计 (1)0.25g (2)0.5g (3)1.0g

【贮藏】 密闭，在阴凉干燥处保存。

烟酸占替诺葡萄糖注射液

Yansuan Zhantinuo Putaotang Zhusheye

Xanthinol Nicotinate and Glucose Injection

本品为烟酸占替诺与葡萄糖的灭菌水溶液。含烟酸占替诺($C_{13}H_{21}N_5O_4 \cdot C_6H_5NO_2$)及葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)均应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 5ml，滴加鞣酸试液，即发生白色沉淀。

(2)取本品，缓缓加入温热的碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH 值** 应为 4.5～6.0(附录Ⅵ H)。

有关物质 取含量测定项下供试品溶液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 1.5μg 的溶液，作为对照溶液。另取茶碱对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.9μg 的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使占替诺色谱峰的峰高约为满量程的 25%；再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至占替诺峰保留时间的 4.5 倍。供试品溶液的色谱图中如有与茶碱保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过烟酸占替诺标示量的 0.3%；除茶碱、烟酸峰及 5-羟甲基糠醛峰外，其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中占替诺峰面积的 0.6 倍(0.3%)。

5-羟甲基糠醛 精密量取本品适量，用流动相稀释制成每 1ml 中约含葡萄糖 5mg 的溶液，作为供试品溶液；取 5-羟甲基糠醛对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1.25μg 的溶液，作为对照品溶液。除检测波长为 284nm 外，照含量测定项下的色谱条件，精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算 5-羟甲基糠醛的含量，不得过葡萄糖标示量的 0.025%。

重金属 取本品适量(约相当于葡萄糖 3g)，置水浴上蒸发至约 20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml 与水适量使成 25ml，依法检查(附录Ⅷ H 第一法)，按葡萄糖标示量计算，含重金属不得过百万分之五。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每 1ml 中含内毒素的量应小于 0.50EU。

无菌 取本品，用薄膜过滤法处理后，以 0.1%无菌蛋白胨水溶液为冲洗液，冲洗液约 100ml，分次冲洗后，以金黄色葡萄球菌作为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 **烟酸占替诺** 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1%三乙胺(用醋酸调节 pH 值至 3.3)-甲醇(93：7)为流动相；检测波长为 267nm。理论板数按占替诺峰计算不低于 1500。

测定法 精密量取本品适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含烟酸占替诺 0.3mg 的溶液，作为供试品溶液；精密

量取 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。另取烟酸占替诺对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.3mg 的溶液，同法测定。按外标法以占替诺峰面积计算，即得。

葡萄糖　取本品，依法测定旋光度（附录Ⅵ E），与 2.0852 相乘，即得供试量中含 $C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$ 的重量(g)。

【类别】　同烟酸占替诺。

【规格】　(1)100ml：烟酸占替诺 0.3g 与葡萄糖 5.0g　(2)250ml：烟酸占替诺 0.3g 与葡萄糖 12.5g

【贮藏】　遮光，密闭保存。

注射用烟酸占替诺

Zhusheyong Yansuan Zhantinuo

Xanthinol Nicotinate for Injection

本品为烟酸占替诺的无菌冻干品。按平均装量计算，含烟酸占替诺($C_{13}H_{21}N_5O_4 \cdot C_6H_5NO_2$)应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】　本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】　(1)取本品适量（约相当于烟酸占替诺 0.1g），加水 5ml 使溶解，加硫酸铜试液 1ml，即缓缓析出淡蓝色沉淀。

(2)取本品适量（约相当于烟酸占替诺 0.1g），加水 2ml 使溶解，滴加鞣酸试液，即发生白色沉淀。

(3)取本品适量，加 0.05mol/L 硫酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中含烟酸占替诺 20μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在 267nm 的波长处有最大吸收。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**溶液的澄清度与颜色**　取本品 5 瓶，分别加水溶解并稀释制成每 1ml 含烟酸占替诺 0.15g 的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，均不得更浓；如显色，与黄色 1 号标准比色液（附录Ⅸ A 第一法）比较，均不得更深。

酸度　取本品 1 瓶，加水 10ml 使溶解，依法测定（附录Ⅵ H），pH 值应为 5.5～7.0。

有关物质　取含量测定项下供试品溶液作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含烟酸占替诺 1.5μg 的溶液，作为对照溶液；另取茶碱对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.9μg 的溶液，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使占替诺色谱峰的峰高约为满量程的 25%；再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至占替诺峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有与茶碱保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过烟酸占替诺标示量的 0.3%；除茶碱及烟酸峰外，其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液中占替诺峰面积的 0.6 倍(0.3%)。

水分　取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M 第一法 A）测定，含水分不得过 3.0%。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每 1mg 烟酸占替诺中含内毒素的量应小于 0.3EU。

无菌　取本品，加 0.9%无菌氯化钠溶液 500ml 溶解，经薄膜过滤法处理后，用 0.1%无菌蛋白胨水溶液冲洗，每膜冲洗量不少于 100ml，以金黄色葡萄球菌作为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.1%三乙胺（用醋酸调节 pH 值至 3.3）-甲醇(93：7)为流动相；检测波长为 267nm。理论板数按占替诺峰计算不低于 1500。

测定法　取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于烟酸占替诺 30mg），置 100ml 量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取烟酸占替诺对照品适量，精密称定，同法测定。按外标法以占替诺峰面积计算，即得。

【类别】　同烟酸占替诺。

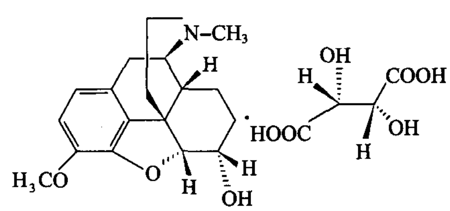
【规格】　(1)0.3g　(2)0.6g

【贮藏】　遮光，密闭保存。

酒石酸双氢可待因

Jiushisuan Shuangqingkedaiyin

Dihydrocodeine Bitartrate



$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot C_4H_6O_6$　　451.5

本品为 4,5α-环氧-3-甲氧基-17-甲基吗啡喃-6α-醇酒石酸盐。按干燥品计算，含 $C_{18}H_{23}NO_3 . C_4H_6O_6$ 应为 98.0%～101.0%。

【性状】　本品为无色结晶或白色结晶性粉末；无臭或几乎无臭。

本品在水中易溶，在乙醇中略溶，在乙醚中几乎不溶。

比旋度　取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 50mg 的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为 −71.5°至 −73.5°。

【鉴别】　(1)取本品，加水溶解并稀释制成每 1ml 中含

200μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在284nm的波长处有最大吸收，其吸光度约为0.72。

(2)取本品10mg，加甲醛硫酸试液1ml，即显紫色(与福可定区别)。

(3)取本品10mg，加硝酸0.05ml，显黄色(与吗啡的区别)。

(4)取本品，加水溶解并稀释制成每1ml中约含20mg的溶液，滴加5mol/L氨溶液使成碱性，不得生成沉淀。

(5)取本品0.1g，加硫酸1ml溶解后，加三氯化铁试液0.05ml，缓慢温热，显棕黄色；继续加入2mol/L硝酸0.05ml后不显红色(与可待因和吗啡的区别)。

(6)取本品5%的溶液0.1ml，依次加入10%溴化钾溶液0.1ml、2%间苯二酚溶液0.1ml与硫酸3ml，水浴加热5～10分钟，显黑蓝色，冷却后倾入水中显红色。

【检查】 **酸度** 取本品1.0g，加水10ml溶解后，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为3.2～4.2。

溶液的颜色 取本品1.0g，加水10ml溶解后，立即与橙黄色2号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较，不得更深。

有关物质 精密称取本品适量，加水溶解并定量稀释制成每1ml中含2mg的溶液，作为供试品溶液；另取磷酸可待因对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液，作为对照品溶液；精密量取供试品溶液与对照品溶液各1ml，置同一100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以0.05mol/L的磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.0±0.1)-乙腈(85∶15)为流动相，检测波长为280nm。理论板数按双氢可待因峰计算不低于1000，双氢可待因峰与可待因峰的分离度应符合要求。取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使双氢可待因色谱峰的峰高约为满量程的10%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有与可待因保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过0.5%；除酒石酸峰外，其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中双氢可待因峰面积的0.3倍(0.3%)，杂质总量不得过1.0%(酒石酸峰除外)。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 不得过0.1%(附录Ⅷ N)。

【含量测定】 取本品约0.5g，精密称定，加冰醋酸30ml溶解后，加结晶紫指示液1滴，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于45.15mg的$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot C_4H_6O_6$。

【类别】 镇痛药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 酒石酸双氢可待因片

酒石酸双氢可待因片

Jiushisuan Shuangqingkedaiyin Pian

Dihydrocodeine Bitartrate Tablets

本品含酒石酸双氢可待因($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot C_4H_6O_6$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 取本品细粉适量(相当于酒石酸双氢可待因0.15g)，加水50ml，振摇使酒石酸双氢可待因溶解，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣按下述方法进行试验。

(1)取残渣10mg，加甲醛硫酸试液1ml，即显紫色(与福可定区别)。

(2)取残渣10mg，加硝酸0.05ml，显黄色(与吗啡区别)。

(3)取残渣0.1g，加硫酸1ml溶解后，加三氯化铁试液0.05ml，缓慢温热，显黄褐色；继续加入2mol/L硝酸0.05ml后不显红色(与可待因和吗啡的区别)。

【检查】 **有关物质** 取本品的细粉适量，加水溶解并稀释制成每1ml中含酒石酸双氢可待因2mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取磷酸可待因对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含1.0mg的溶液，作为对照品溶液；精密量取供试品溶液与对照品溶液各1ml，置同一100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以0.05mol/L的磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.1±0.1)-乙腈(85∶15)为流动相，检测波长为280nm。理论板数按双氢可待因峰计算不低于1000，双氢可待因峰与可待因峰的分离度应符合要求。取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使双氢可待因色谱峰的峰高约为满量程的10%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有与可待因保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过0.5%，除酒石酸峰外，其他单个杂质的峰面积不得大于对照溶液中双氢可待因峰面积的0.5倍(0.5%)，杂质总量不得过1.0%(酒石酸峰除外)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第三法)，以水250ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液照含量测定项下的方法，自“照紫外-可见分光光度法”起，依法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

含量均匀度 取本品1片，研细，用水分次定量转移至250ml量瓶中，振摇使溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液照含量测定项下的方法，自“照紫外-可见分光光度法”起，依法测定含量，应符合规定(附录Ⅹ E)。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于酒石酸双氢可待因15mg),置100ml量瓶中,加水30ml,超声10分钟,放冷,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在284nm的波长处测定吸光度;另精密称取酒石酸双氢可待因对照品15mg,置100ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,同法测定。计算,即得。

【类别】　同酒石酸双氢可待因。

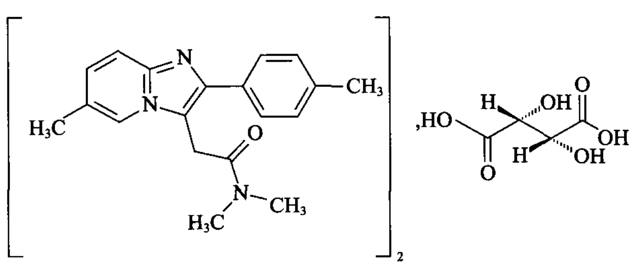
【规格】　30mg

【贮藏】　遮光,密封保存。

酒石酸唑吡坦

Jiushisuan Zuobitan

Zolpidem Tartrate



$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$　764.88

本品为*N*,*N*,6-三甲基-2-(4-甲基苯基)-咪唑并[1,2-*a*]吡啶-3-乙酰胺-L-(+)-酒石酸盐。按干燥品计算,含$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$不得少于98.5%。

【性状】　本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭,略有引湿性。

本品在甲醇中略溶,在水或乙醇中微溶,在三氯甲烷或二氯甲烷中几乎不溶;在0.1mol/L盐酸溶液中溶解。

【鉴别】　(1)取本品约10mg,置干燥试管中,加丙二酸约10mg与醋酐10滴,水浴加热1～3分钟,溶液显红棕色。

(2)取本品约20mg,加10%溴化钾溶液0.1ml、2%间苯二酚溶液0.1ml与硫酸3ml,水浴加热10分钟,显深蓝色;冷却后倾入水中,即变为红色。

(3)取本品适量,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在237nm与294nm的波长处有最大吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致。如不一致,取本品与对照品各约50mg,分别加0.1mol/L盐酸溶液5ml溶解后,加水5ml,边搅拌边滴加2mol/L氨溶液0.5ml,析出沉淀后,滤过,沉淀用水洗涤,在105℃干燥2小时,照红外分光光度法(附录Ⅳ C)测定,二者的红外光吸收图谱应一致。

(5)本品的水溶液显酒石酸盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】　**酸度**　取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中约含2mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为4.0～6.0。

溶液的澄清度与颜色　取本品0.25g与酒石酸0.125g,加水10ml使溶解并稀释至25ml,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,不得更浓;如显色,与黄色2号标准比色液(附录Ⅸ A)比较,不得更深。

有关物质　取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1mg中约含1μg的溶液,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇-0.05mol/L磷酸溶液(用三乙胺调节pH值至5.5)(18:23:59)为流动相;检测波长为254nm。理论板数按酒石酸唑吡坦峰计算不低于2000,唑吡坦峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的10%;再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.2%)。供试品溶液色谱图中酒石酸峰与任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

残留溶剂　甲醇、乙醇、乙腈、二氯甲烷、正己烷、四氢呋喃、二氯乙烷、丙酮与异丙醇　取正丙醇约45mg,用含10% *N*,*N*-二甲基甲酰胺的0.2mol/L硫酸溶液稀释至5000ml,作为内标溶液;精密称取本品适量,加内标溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1g的溶液,作为供试品溶液;另精密称取甲醇、乙醇、乙腈、二氯甲烷、正己烷、四氢呋喃、二氯乙烷、丙酮与异丙醇适量,用内标溶液定量稀释制成每1ml中分别含上述成分0.3mg、0.5mg、0.04mg、0.06mg、0.03mg、0.07mg、0.0005mg、0.5mg与0.5mg的混合溶液,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各2ml,分别置顶空瓶中,密封。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定,以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱;起始温度40℃,维持15分钟,以每分钟30℃的速率升温至200℃,维持5分钟;进样口温度为200℃;检测器温度为250℃;顶空瓶平衡温度为80℃,平衡时间20分钟。取对照品溶液顶空进样,各成分峰及内标物峰之间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按内标法以峰面积计算,均应符合规定。

含氯化合物　取本品约75mg,精密称定,照氧瓶燃烧法(附录Ⅶ C)进行有机破坏,以0.1mol/L氢氧化钠溶液10ml为吸收液,待生成的烟雾完全吸入吸收液后,移至50ml纳氏比色管中,照氯化物检查法(附录Ⅷ A)检查,与对照液(与供试品同法操作,但燃烧时滤纸中不含供试品,并加标准氯化钠溶液5.0ml)比较,不得更浓(0.07%)。

氰化物　取本品约1.0g,依法检查(附录Ⅷ F第一法),

应符合规定(生产工艺中使用了氰化物的产品需检查此项)。

干燥失重　取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过3.0%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】　取本品约0.3g,精密称定,加冰醋酸20ml溶解后,加结晶紫指示液1滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于38.2mg的$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$。

【类别】　催眠镇静药。

【贮藏】　遮光,密封保存。

【制剂】　酒石酸唑吡坦片

酒石酸唑吡坦片

Jiushisuan Zuobitan Pian

Zolpidem Tartrate Tablets

本品含酒石酸唑吡坦$[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】　(1)取本品的细粉适量(约相当于酒石酸唑吡坦10mg),置干燥试管中,加丙二酸约10mg与醋酐10滴,水浴加热1～3分钟,溶液显红棕色。

(2)取含量均匀度项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在237nm与294nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**有关物质**　取本品的细粉适量,加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含酒石酸唑吡坦0.5mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含酒石酸唑吡坦2.5μg的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%;再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。供试品溶液色谱图中酒石酸峰与任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

含量均匀度　取本品1片,置100ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液适量,振摇使酒石酸唑吡坦溶解,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含酒石酸唑吡坦10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在294nm的波长处测定吸光度;另取酒石酸唑吡坦对照品适量,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定,计算含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度　取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以0.1mol/L盐酸溶液1000ml(10mg规格)或500ml(5mg规格)为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经30分钟时,取溶液适量,滤过,取续滤液照含量均匀度项下的方法,自"照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)"起,依法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-甲醇-0.05mol/L磷酸溶液(用三乙胺调节pH值至5.5)(18∶23∶59)为流动相;检测波长为254nm。理论板数按酒石酸唑吡坦峰计算不低于2000,酒石酸唑吡坦峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法　取本品20片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于酒石酸唑吡坦25mg),置50ml量瓶中,加流动相适量,振摇使酒石酸唑吡坦溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含酒石酸唑吡坦10μg的溶液,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取酒石酸唑吡坦对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】　同酒石酸唑吡坦。

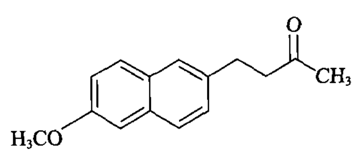
【规格】　(1)5mg　(2)10mg

【贮藏】　遮光,密封保存。

萘丁美酮

Naidingmeitong

Nabumetone



$C_{15}H_{16}O_2$　228.29

本品为4-(6-甲氧基-2-萘基)-丁-2-酮。按无水物计算,含$C_{15}H_{16}O_2$应为98.0%～102.0%。

【性状】　本品为白色或类白色针状结晶或结晶性粉末;无臭,无味。

本品在丙酮、三氯甲烷、乙酸乙酯或热乙醇中易溶,在乙

醇中略溶，在水中不溶。

熔点 本品的熔点（附录Ⅵ C）为80～83℃。

【鉴别】 (1)取本品25mg，加乙醇2ml溶解后，加二硝基苯肼试液1ml，摇匀，加热至沸，即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集661图）一致。

【检查】 **丙酮溶液的澄清度与颜色** 取本品0.5g，加丙酮10ml溶解后，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，不得更浓；如显色，与黄色1号标准比色液（附录Ⅸ A第一法）比较，不得更深。

氯化物 取本品2.0g，加水100ml，充分振摇约10分钟，滤过，取滤液25ml，依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液5.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取氯化物检查项下的滤液50ml，依法检查（附录Ⅷ B），与标准硫酸钾溶液1.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.01%)。

有关物质 取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.4mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

残留溶剂 乙醇与乙酸乙酯 取本品适量，精密称定，加*N*,*N*-二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每1ml中分别约含0.1g的溶液，作为供试品溶液；另精密称取乙醇与乙酸乙酯适量，用*N*,*N*-二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中分别约含0.1mg与0.02mg的混合溶液，作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各5ml，分别置顶空瓶中，密封。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第二法）测定，用6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管色谱柱（如DB-624，30m×0.32mm，1.8μm或极性相近的色谱柱）；起始温度80℃，维持6分钟，以每分钟40℃的速率升温至200℃，维持8分钟；检测器温度为250℃；进样口温度为200℃；顶空瓶平衡温度为85℃，平衡时间为45分钟；进样体积为1.0ml。取对照品溶液顶空进样，按乙醇、乙酸乙酯顺序依次出峰，各成分峰之间的分离度应不小于2.0，各成分峰的理论板数均不低于3000。取对照品溶液与供试品溶液，分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，含乙醇不得过0.1%，含乙酸乙酯不得过0.02%。

水分 取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法A）测定，含水分不得过0.5%。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

铁盐 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ G），与标准铁溶液3.0ml制成的对照液比较，不得更深(0.003%)。

重金属 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

砷盐 取本品1.0g，加氢氧化钙1g混合，加水少量，搅拌均匀，干燥后先用小火炽灼使炭化，再在500～600℃炽灼使完全灰化，放冷，加盐酸5ml与水23ml使溶解，依法检查（附录Ⅷ J第一法），应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-四氢呋喃-0.1%冰醋酸(37∶8∶55)为流动相，检测波长为254nm。理论板数按萘丁美酮峰计算不低于3000。

测定法 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含40μg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取萘丁美酮对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 解热镇痛药、抗炎药。

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉干燥处保存。

【制剂】 (1)萘丁美酮干混悬剂 (2)萘丁美酮片 (3)萘丁美酮分散片 (4)萘丁美酮胶囊

萘丁美酮干混悬剂

Naidingmeitong Ganhunxuanji

Nabumetone Oral Suspension

本品含萘丁美酮($C_{15}H_{16}O_2$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品适量（约相当于萘丁美酮0.1g），加乙醇10ml，振摇（必要时加热）使萘丁美酮溶解后，滤过，取滤液，加二硝基苯肼试液1ml，摇匀，加热至沸，即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品适量（约相当于萘丁美酮30mg），加乙醇溶解并稀释制成每1ml中约含萘丁美酮30μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在261nm、271nm、318nm与333nm的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取本品适量，加流动相使萘丁美酮溶解并稀释制成每1ml中约含萘丁美酮0.4mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶

中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液 20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%;再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

干燥失重 取本品,置五氧化二磷干燥器中,减压干燥至恒重,减失重量不得过 2.0%(附录Ⅷ L)。

其他 应符合口服混悬剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ O)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-四氢呋喃-0.1%冰醋酸(37:8:55)为流动相;检测波长为 254nm。理论板数按萘丁美酮峰计算不低于 3000。

测定法 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于萘丁美酮 40mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使萘丁美酮溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取萘丁美酮对照品,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同萘丁美酮。

【规格】 (1)0.5g (2)1.0g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

萘丁美酮片

Naidingmeitong Pian

Nabumetone Tablets

本品含萘丁美酮($C_{15}H_{16}O_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片或薄膜衣片,除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于萘丁美酮 0.1g),加乙醇 10ml,振摇(必要时加热)使萘丁美酮溶解后,滤过,取滤液,加二硝基苯肼试液 1ml,摇匀,加热至沸,即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于萘丁美酮 30mg),加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含萘丁美酮 30μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 261nm、271nm、318nm 与 333nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量,加流动相使萘丁美酮溶解,用流动相稀释制成每 1ml 中约含萘丁美酮 0.4mg 的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液 20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第二法),以 2%十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质,转速为每分钟 50 转,依法操作,经 45 分钟时,取溶液适量,滤过,精密量取续滤液 1ml,置 25ml 量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在 262nm 的波长处测定吸光度;另取萘丁美酮对照品适量,精密称定,加溶出介质适量,超声使溶解,用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 22μg 的溶液,同法测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的 70%,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-四氢呋喃-0.1%冰醋酸(37:8:55)为流动相;检测波长为 254nm。理论板数按萘丁美酮峰计算不低于 3000。

测定法 取本品 10 片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于萘丁美酮 40mg),置 100ml 量瓶中,加流动相适量,振摇使萘丁美酮溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液 5ml,置 50ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取萘丁美酮对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同萘丁美酮。

【规格】 0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

萘丁美酮分散片

Naidingmeitong Fensanpian

Nabumetone Dispersible Tablets

本品含萘丁美酮($C_{15}H_{16}O_2$)应为标示量的 95.0%~105.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于萘丁美酮

0.1g)，加乙醇 10ml，振摇(必要时加热)使萘丁美酮溶解后，滤过，取滤液，加二硝基苯肼试液 1ml，摇匀，加热至沸，即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的细粉适量(约相当于萘丁美酮 30mg)，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含萘丁美酮 30μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 261nm、271nm、318nm 与 333nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 取本品细粉适量，加流动相使萘丁美酮溶解，用流动相稀释制成每 1ml 中约含萘丁美酮 0.4mg 的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第二法)，以 2%十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 30 分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液 1ml，置 25ml 量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在 262nm 的波长处测定吸光度；另取萘丁美酮对照品适量，精密称定，加溶出介质适量，超声使溶解，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 22μg 的溶液，同法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的 75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-四氢呋喃-0.1%冰醋酸(37：8：55)为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按萘丁美酮峰计算不低于 3000。

测定法 取本品 10 片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于萘丁美酮 40mg)，置 100ml 量瓶中，加流动相适量，振摇使萘丁美酮溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取萘丁美酮对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40μg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同萘丁美酮。

【规格】 0.5g

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉干燥处保存。

萘丁美酮胶囊

Naidingmeitong Jiaonang

Nabumetone Capsules

本品含萘丁美酮($C_{15}H_{16}O_2$)应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】 本品内容物为白色粉末。

【鉴别】 (1)取本品的内容物适量(约相当于萘丁美酮 0.1g)，加乙醇 10ml，振摇(必要时加热)使萘丁美酮溶解后，滤过，取滤液，加二硝基苯肼试液 1ml，摇匀，加热至沸，即生成橙黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品的内容物适量(约相当于萘丁美酮 30mg)，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含萘丁美酮 30μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 261nm、271nm、318nm 与 333nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 有关物质 取本品内容物适量，加流动相使萘丁美酮溶解，用流动相稀释制成每 1ml 中约含萘丁美酮 0.4mg 的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C 第二法)，以 2%十二烷基硫酸钠溶液 900ml 为溶出介质，转速为每分钟 50 转，依法操作，经 45 分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液 1ml(0.5g 规格)或 2ml(0.25g 规格)，置 25ml 量瓶中，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在 262nm 的波长处测定吸光度；另取萘丁美酮对照品适量，精密称定，加溶出介质适量，超声使溶解，用溶出介质定量稀释制成每 1ml 中约含 22μg 的溶液，同法测定，计算每粒的溶出量。限度为标示量的 70%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-四氢呋喃-0.1%冰醋酸(37：8：55)为流动相；检测波长为 254nm。理论板数按萘丁美酮峰计算不低于 3000。

测定法 取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取

适量(约相当于萘丁美酮40mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,振摇使萘丁美酮溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取萘丁美酮对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含40μg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同萘丁美酮。

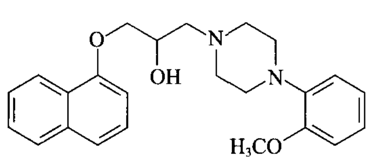
【规格】 (1)0.25g (2)0.5g

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

萘哌地尔

Naipaidi'er

Naftopidil



$C_{24}H_{28}N_2O_3$ 392.49

本品为(±)-1-〔4-(2-甲氧基苯基)-1-哌嗪基〕-3-(1-萘氧基)-2-丙醇。按干燥品计算,含$C_{24}H_{28}N_2O_3$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭或有轻微特殊香气,无味。

本品在醋酐中极易溶解,在冰醋酸或三氯甲烷中易溶,在甲醇、乙醇或乙醚中微溶,在水中不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为125～129℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含24μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在283nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为220～234。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加稀盐酸10ml,置水浴中加热使溶解,放冷,取溶液2ml,加重铬酸钾试液2滴,即显污绿色沉淀,渐变为蓝紫色。

(2)取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在230nm与283nm的波长处有最大吸收。在283nm与230nm波长处的吸光度比值应为0.24～0.27。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1042图)一致。

【检查】 **旋光度** 取本品,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每1ml中约含50mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ E), 旋光度应为－0.1°至＋0.1°。

乙醇溶液的颜色 取本品0.1g,加乙醇10ml,水浴加热使溶解,溶液应无色。如显色,与橙黄色2号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品0.5g,加水25ml,振摇2分钟,滤过,取续滤液10ml,依法检查(附录Ⅷ A),与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.03%)。

有关物质 取本品适量,精密称定,加流动相超声使溶解并定量稀释制成每1ml中约含1mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液适量,用流动相定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,作为对照溶液;另取α-萘酚对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.3μg的溶液,作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以1%四甲基乙二胺溶液(用冰醋酸调节pH值至6.5)-甲醇-乙腈(35∶35∶30)为流动相;检测波长为283nm;理论板数按萘哌地尔峰计算不低于3000;萘哌地尔峰与α-萘酚峰的分离度应大于2.0。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的30%。再精密量取对照溶液、对照品溶液和供试品溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有与α-萘酚峰保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,不得过0.03%;其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%);各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

残留溶剂 乙醇、丙酮与乙酸乙酯 精密称取本品适量,加甲苯适量,微温使溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1g的溶液,精密量取5ml,置10ml顶空瓶中,密封,作为供试品溶液;另精密称取无水乙醇、丙酮和乙酸乙酯适量,加甲苯定量稀释制成每1ml中分别各含0.5mg的溶液,精密量取5ml,置10ml顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定,以(6%)氰丙基苯基-(94%)二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液;起始温度40℃,维持8分钟,以每分钟25℃的速率升温至140℃,维持2分钟;进样口温度为250℃;检测器温度为250℃;顶空瓶平衡温度为80℃,平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样,各相邻色谱峰间的分离度应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,应符合规定。

三氯甲烷 精密称取本品适量,加甲苯适量,微温使溶解,用甲苯定量稀释制成每1ml中约含0.1g的溶液,精密量取1ml,置10ml顶空瓶中,密封,作为供试品溶液;另精密称取三氯甲烷适量,用甲苯定量稀释制成每1ml中约含6μg的溶液,精密量取1ml,置10ml顶空瓶中,密封,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第一法)测定,以(6%)氰丙基苯基-(94%)二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液;柱温为80℃;进样口温度为250℃;采用电子捕获检测器(ECD),检测器温度为300℃。顶空瓶平衡温度为80℃,平衡时间为30分钟。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,应符合规定。

干燥失重 取本品,在80℃减压干燥至恒重,减失重量

不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】　取本品约0.15g，精密称定，加冰醋酸20ml使溶解，加醋酐5ml，照电位滴定法(附录Ⅶ A)，用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于19.62mg的$C_{24}H_{28}N_2O_3$。

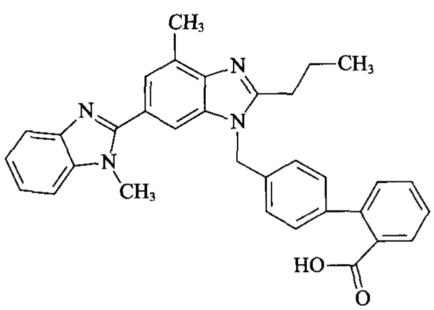
【类别】　α_1肾上腺素受体阻滞药。

【贮藏】　遮光，密封保存。

替米沙坦

Timishatan

Telmisartan



$C_{33}H_{30}N_4O_2$　514.63

本品为4′-〔(1,4′-二甲基-2′-丙基〔2,6′-二-1*H*-苯并咪唑〕-1′-基)甲基〕-〔1,1′-二联苯基〕-2-羧酸。按干燥品计算，含$C_{33}H_{30}N_4O_2$不得少于99.0%。

【性状】　本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭，无味。

本品在三氯甲烷中溶解，在二氯甲烷或二甲基甲酰胺中略溶，在甲醇中微溶，在乙醇中极微溶解，在水中几乎不溶；在1mol/L氢氧化钠溶液中易溶，在0.1mol/L盐酸溶液中极微溶解。

【鉴别】　(1)取本品约10mg，加冰醋酸2ml使溶解，加碘化铋钾试液2滴，即生成棕黄色沉淀。

(2)取本品适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法测定(附录Ⅳ A)测定，在228nm和290nm的波长处有最大吸收，在268nm的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1057图)一致。

【检查】　**氯化物**　取本品2.0g，加水100ml，煮沸2分钟，放冷，滤过，取续滤液25ml，依法检查(附录Ⅷ A)，与标准氯化钠溶液5.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.01%)。

硫酸盐　取氯化物项下的续滤液25ml，依法检查(附录Ⅷ B)，与标准硫酸钾溶液1.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.02%)。

有关物质　取本品适量，加甲醇适量和1mol/L氢氧化钠溶液100μl使溶解并用甲醇稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇为流动相A，以0.1%磷酸二氢钾溶液-甲醇(35∶65，含0.2%三乙胺，用磷酸调节pH值至5.0)为流动相B，按下表进行线性洗脱；检测波长为230nm；流速每分钟1.0ml(必要时调节流速)。取替米沙坦对照品和4′-溴甲基-联苯-2-甲酸甲酯对照品各适量，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中各约含10μg的混合溶液，取10μl注入液相色谱仪，使替米沙坦峰的保留时间为17～20分钟；拖尾因子应不大于2.0，替米沙坦峰与4′-溴甲基-联苯-2-甲酸甲酯峰之间的分离度应符合要求，理论板数按替米沙坦峰计算不低于5000。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	0	100
10	0	100
20	55	45
25	55	45
25.1	0	100
35	0	100

测定法　取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。

残留溶剂　甲醇、乙酸乙酯、乙醇、氯苯、正己烷、环己烷、四氢呋喃、二氯甲烷与二氧六环　取本品0.2g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入二甲基甲酰胺5ml，密封，作为供试品溶液；另取甲醇、乙酸乙酯、乙醇、氯苯、正己烷、环己烷、四氢呋喃、二氯甲烷和二氧六环各适量，精密称定，用二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中含甲醇120μg、乙酸乙酯200μg、乙醇200μg、氯苯14.4μg、正己烷11.6μg、环己烷155μg、四氢呋喃28.8μg、二氯甲烷24.0μg和二氧六环15.2μg的混合溶液，精密量取5ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)测定，以(5%)苯基-(95%)甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液，起始温度50℃，维持5分钟，以每分钟10℃的速率升温至100℃，维持5分钟；检测器温度为250℃；进样口温度为200℃。顶空进样，顶空瓶平衡温度为105℃，平衡时间为30分钟。进样体积为1.0ml。取对照品溶液顶空进样，记录色谱图，各成分峰之间的分离度均

应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

三氯甲烷　取本品0.2g，精密称定，置顶空瓶中，精密加入二甲基甲酰胺5ml，密封，作为供试品溶液；另取三氯甲烷适量，精密称定，用二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中含2.4μg的溶液，精密量取5ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第二法）测定，检测器采用电子捕获检测器（ECD），其他色谱条件和顶空条件均同残留溶剂项。分别取供试品溶液与对照品溶液顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，应符合规定。

二甲基甲酰胺　取本品0.2g，精密称定，置10ml量瓶中，加三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取二甲基甲酰胺适量，精密称定，用三氯甲烷定量稀释制成每1ml中约含17.6μg的溶液，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第三法）测定，以聚乙二醇为固定液，柱温100℃，检测器温度250℃，进样口温度200℃。精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，应符合规定。

干燥失重　取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣　取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

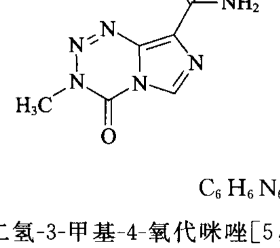
重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】　取本品约0.2g，精密称定，加冰醋酸10ml，振摇使溶解，加醋酐20ml，再加萘酚苯甲醇指示液2滴，用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定至溶液显绿色，并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于25.73mg的$C_{33}H_{30}N_4O_2$。

【类别】　抗高血压药。

【贮藏】　密封保存。

替莫唑胺
Timozuo'an
Temozolomide



$C_6H_6N_6O_2$　194.15

本品为3,4-二氢-3-甲基-4-氧代咪唑[5,1-*d*]并1,2,3,5-四嗪-8-甲酰胺。按干燥品计算，含$C_6H_6N_6O_2$应为98.0%～102.0%。

【性状】　本品为白色至微红色粉末；无臭。

本品在二甲基亚砜中略溶，在水中微溶，在甲醇中极微溶解，在乙醇中几乎不溶，在冰醋酸中微溶。

【鉴别】　（1）取本品，加冰醋酸溶液（5→1000）定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在254nm与330nm的波长处有最大吸收，在240nm与279nm的波长处有最小吸收。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集1216图）一致。

【检查】　**有关物质**　取本品，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1.0mg的溶液，作为供试品溶液；另取4-氨基-5-氨基甲酰基咪唑一水合物对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含1.0mg的溶液，作为对照品溶液；精密量取供试品溶液与对照品溶液各1ml，置同一200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，出峰顺序依次为：4-氨基-5-氨基甲酰基咪唑与替莫唑胺。调节检测灵敏度，使替莫唑胺色谱峰的峰高约为满量程的10%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至替莫唑胺峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有4-氨基-5-氨基甲酰基咪唑峰，其峰面积不得大于对照溶液替莫唑胺峰面积（0.5%）；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液替莫唑胺峰面积（0.5%）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液替莫唑胺峰面积的2倍（1.0%）。

二甲基亚砜　精密称取二甲基亚砜25mg，置100ml量瓶中，用*N*,*N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置10ml量瓶中，精密加内标溶液（取*N*-甲基吡咯烷酮适量，加*N*,*N*-二甲基甲酰胺制成每1ml中约含1mg的溶液）1ml，用*N*,*N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液；另取本品0.25g，精密称定，置10ml量瓶中，精密加入内标溶液1ml，用*N*,*N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第三法）试验。以聚乙二醇为固定液；柱温200℃，检测器温度为240℃。精密量取供试品溶液和对照品溶液各1μl，分别注入气相色谱仪，记录色谱图。按内标法以峰面积计算，应符合规定。

干燥失重　取本品1.0 g，置五氧化二磷干燥器中，在60℃减压干燥至恒重，减失重量不得过0.5%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣　取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.5%冰醋酸溶液（10∶90）为流动相；检测波长为254nm。理论板数按替莫唑胺峰计算不低于9000，替

莫唑胺峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法　取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释成每1ml中约含替莫唑胺0.1mg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取替莫唑胺对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　抗肿瘤药。

【贮藏】　遮光，密封，在冷处保存。

【制剂】　替莫唑胺胶囊

替莫唑胺胶囊

Timozuo'an Jiaonang

Temozolomide Capsules

本品含替莫唑胺($C_6H_6N_6O_2$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品内容物为白色粉末。

【鉴别】　(1)取含量测定项下的供试品溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在254nm与330nm的波长处有最大吸收，在240nm与279nm的波长处有最小吸收。

(2)取有关物质项下的供试品溶液稀释10倍，作为供试品溶液。另取替莫唑胺对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每1ml中含100μg的溶液作为对照品溶液。取供试品溶液与对照品溶液各20μl分别注入液相色谱仪，照有关物质项下的色谱条件试验，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　有关物质　取本品内容物细粉适量(约相当于替莫唑胺50mg)，置50ml量瓶中，加流动相适量，冰浴中超声使替莫唑胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另精密称取4-氨基-5-氨基甲酰基咪唑一水合物对照品适量，加流动相溶解并稀释成每1ml中约含1.0mg的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-0.5%冰醋酸溶液(10∶90)为流动相；检测波长为254nm。理论板数按替莫唑胺峰计算不低于9000，替莫唑胺峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。精密量取供试品溶液2ml与对照品溶液1ml，置同一200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。取对照溶液20μl注入液相色谱仪，出峰顺序为4-氨基-5-氨基甲酰基咪唑与替莫唑胺，调节检测灵敏度，使替莫唑胺色谱峰的峰高约为满量程的40%。精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至替莫唑胺峰保留时间的2.5倍。供试品溶液色谱图中如有4-氨基-5-氨基甲酰基咪唑峰，其峰面积不得大于对照溶液替莫唑胺峰面积的0.5倍(0.5%)；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液替莫唑胺峰面积的0.5倍(0.5%)；各杂质峰面积和不得大于对照溶液替莫唑胺峰面积的1.5倍(1.5%)。

含量均匀度(5mg规格)　取本品1粒，将内容物倾入50ml量瓶中，囊壳用0.5%冰醋酸溶液适量分次洗净，洗液并入量瓶中，超声处理10分钟，使替莫唑胺溶解，并用0.5%冰醋酸溶液稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用0.5%冰醋酸溶液稀释至刻度，摇匀，照含量测定项下的方法，自"紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)"起依法测定，应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以水500ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液作为供试品溶液(5mg规格)；或精密量取续滤液10ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液(50mg规格)；或精密量取续滤液5ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液(100mg规格)。另精密称取替莫唑胺对照品适量，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在330nm的波长处测定吸光度，计算出每粒的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他　应符合胶囊项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】　取本品20粒，精密称定，计算平均装量，取内容物(5mg规格)或取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量(约相当于替莫唑胺10mg)，置100ml量瓶中，加0.5%冰醋酸溶液适量，超声使替莫唑胺溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取滤液适量，用0.5%冰醋酸溶液稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在330nm的波长处测定吸光度。另精密称取替莫唑胺对照品适量，加0.5%冰醋酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，同法测定，计算，即得。

【类别】　同替莫唑胺。

【规格】　(1)5mg　(2)50mg　(3)100mg

【贮藏】　遮光，密封，在冷处保存。

替硝唑阴道片

Tixiaozuo Yindaopian

Tinidazole Vaginal Tablets

本品含替硝唑($C_8H_{13}N_3O_4S$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】　本品为类白色或淡黄色片。

【鉴别】　(1)取本品细粉适量(约相当于替硝唑0.1g)，置试管中，加热至炭化，即发生有刺激性的二氧化硫气体，能使硝酸亚汞试液湿润的滤纸变成黑色。

(2)取本品细粉适量(约相当于替硝唑0.1g)，加硫酸溶液(3→100)5ml使替硝唑溶解，滤过，取滤液，加三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸度** 取本品细粉约2.5g，加水50ml，搅拌使替硝唑溶解，滤过，取续滤液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为3.5～5.0。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.5)-甲醇(80：20)为流动相；检测波长为310nm。理论板数按替硝唑峰计算不低于2000，替硝唑峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于替硝唑120mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，振摇使替哨唑溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过；精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取替硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.12mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同替硝唑。

【规格】 0.5g

【贮藏】 遮光，密封保存。

葡萄糖粉剂

Putaotang Fenji

Glucose Powder

本品为葡萄糖或无水葡萄糖分装得到的口服制剂。

【性状】 本品为无色结晶或白色结晶性或颗粒性粉末；无臭，味甜。

比旋度 取本品约10g，精密称定，置100ml量瓶中，加水适量与氨试液0.2ml，溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，放置10分钟，在25℃时，依法测定(附录Ⅵ E)，比旋度为+52.6°至+53.2°。

【鉴别】 (1)取本品约0.2g，加水5ml溶解后，缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(2)取干燥失重项下的本品适量，依法测定，本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集702图)一致。

【检查】 **酸度** 取本品2.0g，加水20ml溶解后，加酚酞指示液3滴与氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.20ml，应显粉红色。

溶液的颜色 取本品5.0g，加热水溶解后，放冷，用水稀释至10ml，溶液应无色；如显色，与对照液(取比色用氯化钴液3.0ml、比色用重铬酸钾液3.0ml与比色用硫酸铜液6.0ml，加水稀释成50ml)1.0ml加水稀释至10ml比较，不得更深。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量为7.5%～9.5%(葡萄糖)，或不得过1.0%(无水葡萄糖)(附录Ⅷ L)。

其他 应符合散剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ P)。

【类别】 同葡萄糖。

【规格】 (1)50g (2)75g (3)200g (4)250g (5)300g (6)350g (7)500g

【贮藏】 密封保存。

曾用名：口服葡萄糖

硝酸咪康唑栓

Xiaosuan Mikangzuo Shuan

Miconazole Nitrate Suppositories

本品含硝酸咪康唑($C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为脂肪性基质制成的白色栓。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于硝酸咪康唑0.2g)，置100ml离心管中，加正己烷25ml，在水浴上加热至完全溶解，摇匀，以每分钟2500转离心5分钟，弃去上清液，加正己烷25ml，再次离心分离，弃去上清液，加甲醇20ml溶解，即得，作为供试品溶液。另取硝酸咪康唑对照品适量，加甲醇制成每1ml中约含10mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验，吸取上述两种溶液各1μl，分别点于同一硅胶G薄层板上，以正己烷-三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(60：30：10：1)为展开剂，展开后，晾干，在碘蒸气中显色，供试品溶液所显主斑点的位置应与对照品溶液的主斑点相同。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的供试品储备溶液作为供试品溶液；精密量取适量，用甲醇-三氯甲烷(1：1)定量稀释制成每1ml中约含硝酸咪康唑0.05mg的溶液作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%，再精密量取供试品溶液和对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍；供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.25倍(0.25%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。供试品溶液色谱图中硝酸的色谱峰和峰面积小于对照溶液主峰面积0.1倍的色谱峰均忽略不计。

其他 应符合栓剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ D)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶

为填充剂；以甲醇-乙腈-1.5%醋酸铵溶液（40：40：20）为流动相；检测波长为230nm。取硝酸咪康唑对照品和硝酸益康唑对照品适量，加甲醇溶解并稀释制成每1ml中分别含0.05mg的混合溶液作为系统适用性溶液，取10μl注入液相色谱仪，硝酸咪康唑峰与硝酸益康唑峰的分离度应大于10。

测定法 取本品20粒，精密称定，微温使熔化，混合均匀，冷凝后精密称取适量（约相当于硝酸咪康唑0.5g），置100ml量瓶中，加甲醇-三氯甲烷（1：1）适量，水浴微温并时时振摇使油层澄清，放至室温，用甲醇-三氯甲烷（1：1）稀释至刻度，摇匀，冰箱中0℃以下冷冻3小时，迅速滤过，放至室温，作为供试品储备液，精密量取供试品储备液5ml，置50ml量瓶中，用甲醇-三氯甲烷（1：1）稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。精密量取供试品溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取硝酸咪康唑对照品适量，精密称定，加甲醇-三氯甲烷（1：1）溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同硝酸咪康唑。

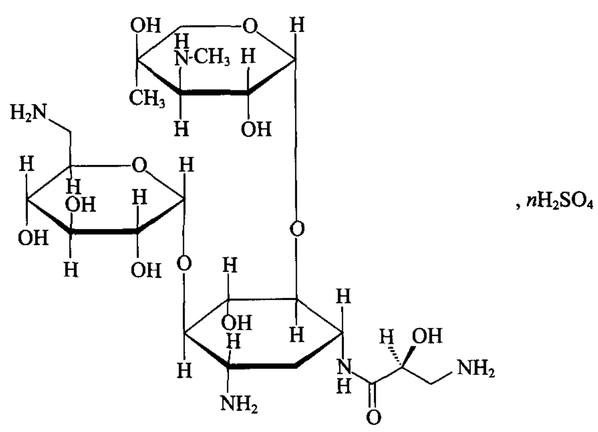
【规格】 （1）100mg （2）200mg

【贮藏】 遮光，密闭，在30℃以下保存。

硫酸异帕米星

Liusuan Yipamixing

Isepamicin Sulfate



$C_{22}H_{43}N_5O_{12} \cdot nH_2SO_4$（$n \leqslant 2$）

本品为*O*-6-氨基-6-脱氧-α-D-吡喃葡萄糖基-（1→4）-*O*-〔3-脱氧-4-*C*-甲基-3-（甲氨基）-β-L-吡喃阿拉伯糖基-（1→6）〕-2-脱氧-*N*′-〔（S）-异丝氨酰〕-D-链霉胺硫酸盐。按无水物计算，含$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$不得少于68.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的粉末；无臭；有引湿性。

本品在水中易溶，在甲酰胺中溶解，在甲醇或乙醇中几乎不溶。

比旋度 取本品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为+100°至+120°。

【鉴别】 （1）取本品20mg，加水1ml使溶解，加蒽酮试液3ml，摇匀，静置（必要时水浴加热），溶液显青紫色。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）本品的水溶液显硫酸盐的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **酸碱度** 取本品，加水制成每1ml中含0.1g的溶液，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为5.5～7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份，各0.5g，分别加水5ml使溶解，溶液应澄清无色。

有关物质 取本品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含异帕米星3.5mg的溶液，作为供试品溶液；另取异帕米星对照品适量，精密称定，分别加水溶解并定量制成每1ml中约含异帕米星35μg、105μg和210μg的溶液，作为对照品溶液（1）、（2）、（3）。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（250mm×4.6mm，5μm，pH范围0.8～8.0）；以0.2mol/L三氟醋酸溶液为流动相A，甲醇为流动相B，按下表进行线性梯度洗脱；流速为每分钟0.8ml；用蒸发光散射检测器检测（参考条件：漂移管温度为50℃，载气流速为每分钟1.5L）。取含量测定项下的异帕米星对照品溶液（2）10μl注入液相色谱仪，异帕米星峰的保留时间约为7分钟，与前相邻杂质峰（与异帕米星峰相对保留时间约为0.94）的分离度应不小于1.5，理论板数按异帕米星峰计算不低于5000。取对照品溶液（1）10μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的10%，精密量取对照品溶液（1）、（2）、（3）各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，以对照品溶液浓度的对数值与相应的峰面积的对数值计算线性回归方程，相关系数（*r*）应不小于0.99；另取供试品溶液，同法测定，供试品溶液色谱图中如显杂质峰，除硫酸根和辅料峰（杂质A峰之前的峰）外，用线性回归方程计算，杂质A（与主峰相对保留时间约为0.63）不得过2.0%，与主峰相对保留时间约为0.94杂质不得过5.0%，3*N*-异帕米星（与主峰相对保留时间约为1.13）不得过0.5%，庆大霉素B（与主峰相对保留时间约为1.34）不得过1.0%，杂质总量不得过6.0%。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液（1）主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0	100	0
5	100	0
15	75	25
20	75	25
21	100	0
30	100	0

残留溶剂 甲醇与二氯甲烷 取本品约0.2g，精密称定，置顶空瓶中，精密加水3.5ml使溶解，再精密加二甲基甲

酰胺 1.5ml，摇匀，密封，作为供试品溶液；精密称取甲醇和二氯甲烷适量，加水-二甲基甲酰胺(7∶3)溶液定量稀释制成每1ml中约含甲醇 0.12mg、二氯甲烷 0.024mg 的混合溶液，立即精密量取 5ml 置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P 第二法）测定，以(6%)氰丙基苯基-(94%)二甲基聚硅氧烷（或极性相近）为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度 50℃，维持 6 分钟，以每分钟 30℃的速率升至 180℃，维持 5 分钟；检测器温度为 250℃；进样口温度为 200℃；分流比为 1∶1。顶空进样，顶空瓶平衡温度为 85℃，平衡时间为 30 分钟，进样体积为 1.0ml。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算。均应符合规定。

硫酸盐 精密量取硫酸滴定液适量，用水定量稀释制成每 1ml 中约含硫酸盐(SO_4)0.10mg、0.20mg 和 0.30mg 的溶液作为对照品溶液(1)、(2)、(3)。照含量测定项下的色谱条件试验，精密量取对照品溶液(1)、(2)、(3)各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，以对照品溶液浓度的对数值与相应的峰面积的对数值计算线性回归方程，相关系数(r)应不小于 0.99；另精密称取本品适量，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.8mg 的溶液，作为供试品溶液，同法测定，用线性回归方程计算供试品中硫酸盐(SO_4)的含量。按无水物计算，应为 22.0%～26.0%。

水分 取本品，以甲酰胺-无水甲醇(2∶1)为溶剂，照水分测定法（附录Ⅷ M 第一法 A）测定，含水分不得过 12.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过 1.0%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H 第二法），含重金属不得过百万分之十。

异常毒性 取本品，加氯化钠注射液制成每 1ml 中约含异帕米星 1.8mg 的溶液，依法检查（附录Ⅺ C），按静脉注射法给药，应符合规定。

细菌内毒素 取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每 1mg 异帕米星中含内毒素的量应小于 0.5EU。

降压物质 取本品，依法检查（附录Ⅺ G），剂量按猫体重每 1kg 注射异帕米星 2mg，应符合规定。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(250mm×4.6mm，5μm，pH 范围 0.8～8.0)；以 0.2mol/L 三氟醋酸溶液为流动相；流速为每分钟 0.8ml；用蒸发光散射检测器检测（参考条件：漂移管温度为 50℃，载气流速为每分钟 1.5 L）。取异帕米星对照品溶液(2)10μl 注入液相色谱仪，异帕米星峰的保留时间约为 7 分钟，与前相邻杂质峰（与异帕米星峰相对保留时间约为 0.94）的分离度应不小于 1.5。理论板数按异帕米星峰计算不低于 5000。

测定法 取异帕米星对照品适量，精密称定，分别加水溶解并定量制成每 1ml 中约含异帕米星 0.8mg、1.0mg 和 1.2mg 的溶液，作为对照品溶液(1)、(2)、(3)。精密量取上述三种溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，以对照品溶液浓度的对数值与相应的峰面积的对数值计算线性回归方程，相关系数(r)应不小于 0.99；另取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每 1ml 中约含异帕米星 1.0mg 的溶液，同法测定，用线性回归方程计算供试品中 $C_{22}H_{43}N_5O_{12}$ 的含量。

【类别】 氨基糖苷类抗生素。

【贮藏】 密封，在干燥处保存。

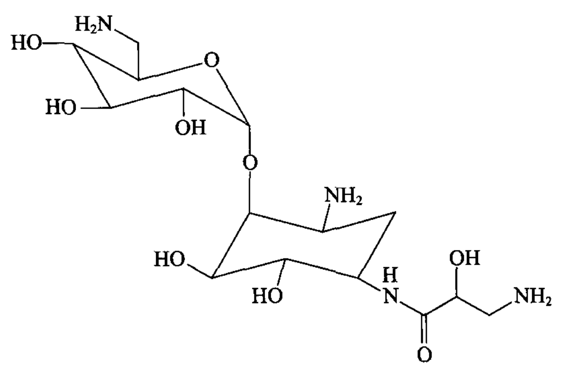
【制剂】 硫酸异帕米星注射液

附：

杂质 A

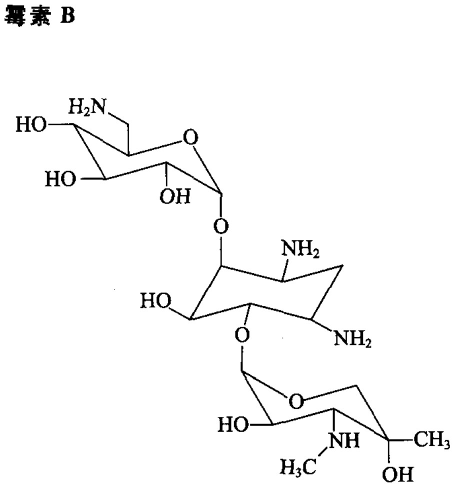
O-6-氨基-6-脱氧-α-D-吡喃葡萄糖基-(1→4)-羟基--2-脱氧-*N*′-〔(*S*)-异丝氨酰〕-D-链霉胺

O-6-Amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-hydroxy-*N*[1]-〔(2*S*)-3-amino-2-hydroxy-1-oxopropyl〕-2-deoxy-D-streptamine



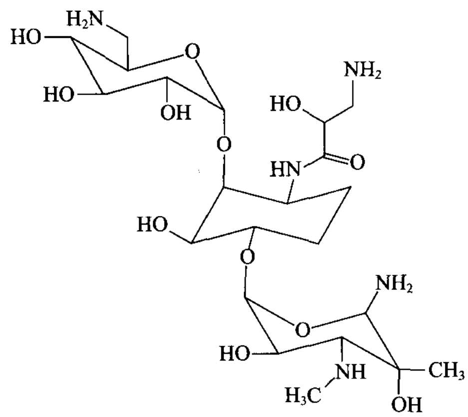
$C_{15}H_{29}N_4O_9$ 409.6

庆大霉素 B



O-6-氨基-6-脱氧-α-D-吡喃葡萄糖基-(1→4)-*O*-〔3-脱氧-4-*C*-甲基-3-(甲氨基)-β-L-吡喃阿拉伯糖基-(1→6)〕-2-脱氧-D-链霉胺

3*N*-异帕米星



O-6-氨基-6-脱氧-*α*-D-吡喃葡萄糖基-(1→4)-*O*-〔3-脱氧-4-*C*-甲基-3-(甲氨基)-*β*-L-吡喃阿拉伯糖基-(1→6)〕-2-脱氧-*N*′-〔(S)-异丝氨酰〕-D-链霉胺

硫酸异帕米星注射液

Liusuan Yipamixing Zhusheye

Isepamicin Sulfate Injection

本品为硫酸异帕米星的灭菌水溶液。含异帕米星($C_{22}H_{43}N_5O_{12}$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品1ml,加蒽酮试液3ml,摇匀,静置(必要时水浴加热),溶液显青紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品显硫酸盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH值** 应为5.5～7.5(附录Ⅵ H)。

颜色 本品应无色;如显色,与黄色或黄绿色2号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

有关物质 精密量取本品适量,用水定量稀释制成每1ml中约含异帕米星3.5mg的溶液,作为供试品溶液;另取异帕米星对照品适量,精密称定,分别加水溶解并定量制成每1ml中约含异帕米星35μg、105μg和210μg的溶液,作为对照品溶液(1)、(2)、(3)。照硫酸异帕米星项下的方法测定,供试品溶液的色谱图中如显杂质峰(硫酸根除外),用线性回归方程计算,杂质A(与主峰相对保留时间约为0.63)不得过2.5%,与主峰相对保留时间约为0.94杂质不得过5.0%,3*N*-异帕米星(与主峰相对保留时间约为1.13)不得过0.5%,庆大霉素B(与主峰相对保留时间约为1.34)不得过1.0%,杂质总量不得过6.0%。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液(1)主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

异常毒性、细菌内毒素与降压物质 照硫酸异帕米星项下的方法检查,均应符合规定。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理后,再用pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液分次冲洗,每膜冲洗量不少于400ml,以大肠埃希菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取异帕米星对照品适量,精密称定,分别加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含异帕米星0.8mg、1.0mg和1.2mg的溶液作为对照品溶液(1)、(2)、(3)。另精密量取本品适量,用水定量稀释制成每1ml中约含异帕米星1.0mg的溶液,照硫酸异帕米星项下的方法测定,即得。

【类别】 同硫酸异帕米星。

【规格】 按$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$计　(1)2ml∶0.2g　(2)4ml∶0.4g

【贮藏】 密闭,在阴凉处保存。

硫酸茚地那韦胶囊

Liusuan Yindinawei Jiaonang

Indinavir Sulfate Capsules

本品含硫酸茚地那韦按茚地那韦($C_{36}H_{47}N_5O_4$)计算,应为标示量的93.0%～105.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色粉末或颗粒。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于茚地那韦8mg),置100ml量瓶中,加水适量,振摇使硫酸茚地那韦溶解并稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在260nm的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品内容物适量,精密称定,加流动相适量,振摇使硫酸茚地那韦溶解,用流动相稀释制成每1ml中约含茚地那韦1mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,检测波长为220nm。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%;再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(1.5%)。

水分 取本品内容物适量,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过2.0%。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以水900ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经20钟时,取溶液,滤过,取续滤液,照含量测定项下的方法测定,计算每粒的溶出量。限度为标示量的85%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-0.005mol/L磷酸二氢钾溶液-0.005mol/L磷酸氢二钾溶液(50∶25∶25)为流动相;检测波长为260nm。理论板数按茚地那韦峰计算不低于5000,茚地那韦峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于茚地那韦12.5mg),置50ml量瓶中,加流动相适量,振摇使硫酸茚地那韦溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取硫酸茚地那韦对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.25 mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 抗病毒药。

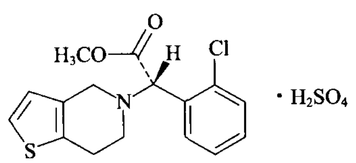
【规格】 按$C_{36}H_{47}N_5O_4$计 (1)0.1g (2)0.2g

【贮藏】 遮光,密封保存。

硫酸氢氯吡格雷

Liusuan Qinglübigelei

Clopidogrel Bisulfate



$C_{16}H_{16}ClNO_2S \cdot H_2SO_4$ 419.90

本品为*S*(+)-2-(2-氯苯基)-2-(4,5,6,7-四氢噻吩[3,2-*c*]并吡啶-5)乙酸甲酯硫酸盐。按干燥品计算,含$C_{16}H_{16}ClNO_2S \cdot H_2SO_4$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末。

本品在水、甲醇中极易溶解。

比旋度 取本品,精密称定,加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为+55°至+58°。

【鉴别】 (1)取本品30mg,加水1ml溶解,取溶液1～2滴,置盛有硫酸甲醛溶液(取甲醛溶液1滴加到硫酸1ml中,摇匀)1ml的试管中,表面即显紫红色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集1220图)一致。

(3)在有关物质项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与系统适用性溶液主峰的保留时间一致。

(4)本品的水溶液(1g→1ml)显硫酸盐的鉴别(1)反应(附录Ⅲ)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **酸度** 取本品0.2g,缓缓加水30ml并不断振摇使溶解,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为1.5～2.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品0.5g,加甲醇10ml溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与黄色3号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

有关物质 取本品约65mg,置10ml量瓶中,加流动相A-乙腈(40∶60)溶解并稀释至刻度,作为供试品溶液;精密量取1ml,用流动相A-乙腈(40∶60)稀释至100ml,再精密量取1ml,置10ml量瓶中,用流动相A-乙腈(40∶60)稀释至刻度,作为对照溶液。另取硫酸氢氯吡格雷对照品、氯吡格雷杂质Ⅰ对照品与氯吡格雷杂质Ⅱ对照品适量,精密称定,加流动相A-乙腈(40∶60)溶解并稀释制成每1ml中含硫酸氢氯吡格雷6.5mg、氯吡格雷杂质Ⅰ0.013mg与氯吡格雷杂质Ⅱ0.0195mg的混合溶液,摇匀,作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-戊烷磺酸钠溶液(0.96g/L,用磷酸调节pH值至2.5)(5∶95)为流动相A,以甲醇-乙腈(5∶95)为流动相B;流速为每分钟1.0ml;柱温30℃;检测波长为220nm。按下表进行梯度洗脱。取系统适用性溶液10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图,出峰顺序依次为氯吡格雷杂质Ⅰ、氯吡格雷与氯吡格雷杂质Ⅱ;氯吡格雷峰与氯吡格雷杂质Ⅱ的分离度应符合要求。取对照溶液10μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的15%;再精密量取供试品溶液、对照溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,氯吡格雷杂质Ⅰ的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(0.2%),氯吡格雷杂质Ⅱ的峰面积不得大于对照主峰面积的3倍(0.3%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.1%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍(0.5%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.5倍(0.05%)的峰可忽略不计。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0～3	89.5	10.5
3～48	89.5→31.5	10.5→68.5
48～68	31.5	68.5

对映异构体 取本品约100mg,精密称定,置50ml量瓶中,加少量无水乙醇使溶解,再用无水乙醇-庚烷(1∶1)稀释至50ml,摇匀,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用无水乙醇-庚烷(1∶1)稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验。用纤维素-三(4-甲基苯甲酸酯)硅胶为填充剂;以无水乙醇-庚烷(15∶85)为流动相;流速为每分钟0.8ml;检测波长为220nm。取硫酸氢氯吡格雷、氯吡格雷杂质Ⅱ与氯吡格雷杂质Ⅲ适量,精密称定,加少量无水乙醇使溶解,用无水乙醇-庚烷(1∶1)稀释制成每1ml中含硫酸氢氯吡格雷2.0mg、氯吡格雷杂质Ⅱ0.02 mg与氯吡格雷杂质Ⅲ0.01 mg的混合溶液,作为系统适用性溶液。取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图,出峰顺序依次为氯吡格雷杂质Ⅱ(R)、氯

吡格雷杂质Ⅲ与氯吡格雷杂质Ⅱ(S)，氯吡格雷杂质Ⅱ的两个对映异构体峰与氯吡格雷杂质Ⅲ峰的分离度应大于 2.0，氯吡格雷杂质Ⅲ峰的信噪比应大于 20。精密量取上述两种溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分保留时间的 1.25 倍，供试品溶液色谱图中，氯吡格雷杂质Ⅲ的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

残留溶剂　乙醇、丙酮、二氯甲烷与乙酸乙酯　取本品约 2.5g，精密称定，置 25ml 量瓶中，加 *N*,*N*-二甲基乙酰胺溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取 10ml，置顶空瓶中，密封，作为供试品溶液；另取乙醇、丙酮、二氯甲烷、乙酸乙酯各适量，精密称定，加 *N*,*N*-二甲基乙酰胺溶解并稀释制成每 1ml 中分别含乙醇 0.5mg、丙酮 0.2mg、二氯甲烷 0.06mg、乙酸乙酯 0.5mg 的混合对照品溶液，精密量取 10ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P 第二法)测定。以 6%氰丙基-苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度 60℃，维持 6 分钟，再以每分钟 70℃的速率升温至 200℃，维持 3 分钟；进样口温度为 200℃；检测器温度为 250℃；顶空瓶平衡温度为 60℃，平衡时间为 30 分钟；分流比为 10∶1。取对照品溶液顶空进样，记录色谱图，各峰间的分离度均应符合要求。取对照品溶液与供试品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

甲酸　取本品 0.1g，精密称定，置 50ml 量瓶中，慢慢滴加稀释液[以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.0)-甲醇(93∶7)]少量使润湿，静置约 10 分钟后振摇使溶解，再用稀释液稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。取甲酸适量，精密称定，用稀释液稀释制成每 1ml 中约含 0.01mg 的溶液，作为对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)试验。用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 2.8)为流动相 A，以甲醇为流动相 B；流速为每分钟 1.0ml；检测波长为 215nm。按下表进行梯度洗脱。精密量取供试品溶液与对照品溶液各 50μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，含甲酸不得过 0.5%。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	93	7
5	93	7
7	10	90
17	10	90
20	93	7
40	93	7

干燥失重　取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品 1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过 0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H 第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】　取本品约 0.16g，精密称定，加入混合溶液[丙酮-甲醇-水(10∶10∶30)] 50ml 使溶解后，照电位滴定法(附录Ⅶ A)，用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至终点(滴定过程中有沉淀生成)，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 20.99mg 的 $C_{16}H_{16}ClNO_2S \cdot H_2SO_4$。

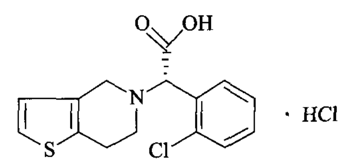
【类别】　血小板抑制剂。

【贮藏】　遮光，密封保存。

【制剂】　硫酸氢氯吡格雷片

附：

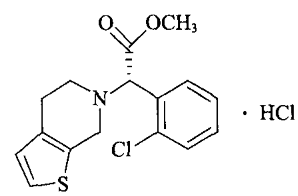
氯吡格雷杂质Ⅰ：(+)-*S*-(2-氯苯基)-6,7-二氢噻吩并[3,2-*c*]并吡啶-5(4*H*)乙酸，盐酸盐



$C_{15}H_{15}Cl_2NO_2S$　344.26

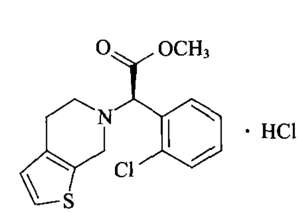
氯吡格雷杂质Ⅱ：(±)-(2-氯苯基)-4,5-二氢噻吩并[2,3-*c*]并吡啶-6(7*H*)-乙酸甲酯，盐酸盐

Ⅱ(S)：



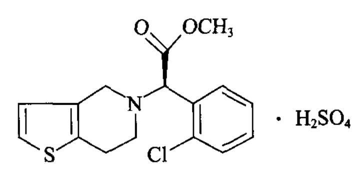
$C_{16}H_{17}Cl_2NO_2S$　358.28

Ⅱ(R)：



$C_{16}H_{17}Cl_2NO_2S$　358.28

氯吡格雷杂质Ⅲ：(−)-*R*-(2-氯苯基)-6,7-二氢噻吩并[3,2-*c*]吡啶-5(4*H*)-乙酸甲酯，硫酸盐



$C_{16}H_{18}ClNO_6S_2$　419.9

硫酸氢氯吡格雷片

Liusuan Qinglübigelei Pian

Clopidogrel Bisulfate Tablets

本品含硫酸氢氯吡格雷按氯吡格雷($C_{16}H_{16}ClNO_2S$)计算,应为标示量的93.5%~105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片或薄膜衣片,除去包衣后,显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品细粉适量(约相当于氯吡格雷15mg),精密称定,置100ml量瓶中,加盐酸溶液(9→1000)适量,超声处理使硫酸氢氯吡格雷溶解,放冷,用盐酸溶液(9→1000)稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在270nm与277nm的波长处有最大吸收。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的细粉适量(约相当于氯吡格雷75mg),精密称定,置200ml量瓶中,加甲醇5ml,超声使硫酸氢氯吡格雷溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取硫酸氢氯吡格雷对照品10mg、氯吡格雷杂质Ⅰ对照品20mg与氯吡格雷杂质Ⅲ对照品40mg,精密称定,置同一100ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件,精密量取对照品溶液和供试品溶液各10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,氯吡格雷杂质Ⅰ不得过0.5%,氯吡格雷杂质Ⅲ不得过1.0%;其他单个杂质及杂质总和以硫酸氢氯吡格雷为对照品、以氯吡格雷峰面积计算,并将结果乘以0.766,其他单个杂质不得过0.2%;杂质总和不得过1.5%(均除氯吡格雷杂质Ⅱ外)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以pH 2.0盐酸缓冲液(取0.2mol/L氯化钾溶液250ml,加0.2mol/L盐酸溶液65.0ml,加水稀释至1000ml)1000ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经30分钟时,取溶液,滤过,精密量取续滤液适量,用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含氯吡格雷25μg的溶液;另取硫酸氢氯吡格雷对照品,精密称定,加甲醇20ml使溶解,用溶出介质稀释制成每1ml中约含氯吡格雷25μg的溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在240nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的溶出量。限度为标示量的80%,应符合规定。

含量均匀度(25mg规格) 取本品1片,置100ml量瓶中,加0.1mol/L盐酸溶液适量,超声并振摇处理5分钟,使硫酸氢氯吡格雷溶解,用0.1mol/L盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取硫酸氢氯吡格雷对照品,精密称定,加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含氯吡格雷250μg的溶液。取上述两种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在270nm的波长处分别测定吸光度,计算每片的含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以卵粘蛋白键合硅胶为填充剂的手性色谱柱(ULTRONES-OVM);以乙腈-0.01mol/L的磷酸二氢钾溶液(20:80)为流动相;检测波长为220nm。取硫酸氢氯吡格雷对照品与氯吡格雷杂质Ⅱ对照品适量,加甲醇适量使溶解,用流动相稀释制成每1ml中含硫酸氢氯吡格雷2.5μg与氯吡格雷杂质Ⅱ 5μg的混合溶液,摇匀,作为系统适用性溶液。取系统适用性溶液10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图,氯吡格雷杂质Ⅱ的两个光学异构体峰与氯吡格雷峰的相对保留时间分别约为0.8与1.2;氯吡格雷峰与氯吡格雷杂质的第一个光学异构体峰的分离度应大于2.0。

测定法 取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于氯吡格雷75mg),置100ml量瓶中,加甲醇50ml,超声处理5分钟使硫酸氢氯吡格溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,精密量取10μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取硫酸氢氯吡格雷对照品,精密称定,加甲醇适量使溶解并用流动相稀释制成每1ml中约含氯吡格雷0.1mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,并将结果乘以0.766,即得。

【类别】 同硫酸氢氯吡格雷。

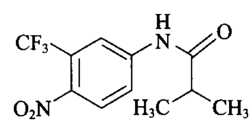
【规格】 以$C_{16}H_{16}ClNO_2S$计 (1)25mg (2)75mg

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

氟 他 胺

Futa'an

Flutamide



$C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$ 276.21

本品为2-甲基-*N*-〔4-硝基-3-(三氟甲基)苯基〕丙酰胺。按干燥品计算,含$C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$应为98.0%~102.0%。

【性状】 本品为淡黄色结晶或结晶性粉末;无臭,味苦。

本品在甲醇或乙醇中易溶,在三氯甲烷中溶解,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为110~114℃。

吸收系数 取本品，精密称定，加乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在295nm的波长处测定吸光度，吸收系数（$E_{1cm}^{1\%}$）为284～302。

【鉴别】 (1)取本品约20mg，加新制的5%硫酸亚铁铵溶液1.5ml，再加稀硫酸2滴与2mol/L氢氧化钾甲醇溶液1ml，振摇，在2分钟内应生成红棕色沉淀。

(2)取本品约0.1g，加稀盐酸5ml，煮沸1分钟，放冷，滤过，滤液加亚硝酸钠试液数滴，摇匀，加碱性β-萘酚试液数滴，即生成橙黄色沉淀。

(3)取吸收系数项下的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在227nm与295nm的波长处有最大吸收，在252nm的波长处有最小吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集797图）一致。

【检查】 **乙醇溶液的澄清度** 取本品1.0g，加乙醇10ml溶解后，溶液应澄清（附录Ⅸ B）。

硫酸盐 取本品1.0g，加水50ml，加热充分振摇后，放冷，滤过，取滤液25ml，依法检查（附录Ⅷ B），与标准硫酸钾溶液1.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.02%）。

氟 取本品约10mg，精密称定，照氟检查法（附录Ⅷ E）测定，含氟量应为18.6%～21.2%。

有关物质 取本品，加乙醇溶解并稀释制成每1ml中含20mg的溶液，作为供试品溶液；另取2-硝基-5-氨基三氟甲苯对照品适量，加乙醇溶解并稀释制成每1ml中含0.20mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述两种溶液各15μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯（1∶1）为展开剂，展开，晾干，喷以对二甲氨基苯甲醛溶液（取对二甲氨基苯甲醛1g，加乙醇适量使溶解，加盐酸23ml，用乙醇稀释至100ml），立即检视，供试品溶液如显与2-硝基-5-氨基三氟甲苯相应的杂质斑点，其颜色与对照品溶液的主斑点比较，不得更深（1.0%）。

苯与甲苯 取本品适量，精密称定，加二甲基亚砜溶解并稀释制成每1ml中约含0.1g的溶液，作为供试品溶液；另取苯与甲苯适量，分别精密称定，加二甲基亚砜稀释制成每1ml中约含苯0.2μg和甲苯89μg的溶液，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法（附录Ⅷ P第三法）试验，以5%苯基-95%甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱为色谱柱；采用不分流进样测定，起始温度50℃，维持5分钟，然后以每分钟8℃的速率升温至175℃，再以每分钟35℃的速率升温至260℃，维持20分钟；进样口温度100℃；检测器温度为260℃；采用氢火焰离子化检测器。精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl，注入气相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，应符合规定。

干燥失重 取本品，在60℃减压干燥4小时，减失重量不得过0.5%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（60∶40）为流动相；检测波长为230nm。理论板数按氟他胺峰计算不低于2000。

测定法 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取氟他胺对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗肿瘤药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 氟他胺片

氟他胺片

Futa'an Pian

Flutamide Tablets

本品含氟他胺（$C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$）应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为淡黄色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量（约相当于氟他胺0.2g），加乙醇10ml，振摇使氟他胺溶解，滤过，取滤液作为供试品溶液；另取氟他胺对照品适量，加乙醇溶解并稀释制成每1ml中约含20mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（附录Ⅴ B）试验，吸取上述两种溶液各10μl，分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上，以环已烷-乙酸乙酯（1∶1）为展开剂，展开，晾干，置紫外光灯（254nm）下检视，供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)取(1)项下的供试品溶液，用乙醇稀释制成每1ml中约含20μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在227nm与295nm的波长处有最大吸收，在252nm的波长处有最小吸收。

【检查】 **溶出度** 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以含1%聚山梨酯80的磷酸盐缓冲液（pH 6.8）1000ml为溶出介质，转速为每分钟75转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液（pH 6.8）稀释至刻度，摇匀；另取氟他胺对照品约24mg，精密称定，置100ml量瓶中，加乙醇少量使溶解，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液（pH 6.8）稀释至刻度，摇匀；取上述两种溶液照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在303nm的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 取本品10片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于氟他胺0.1g),置100ml量瓶中,加流动相适量,振摇使氟他胺溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。照氟他胺含量测定项下的方法测定,计算,即得。

【类别】 同氟他胺。

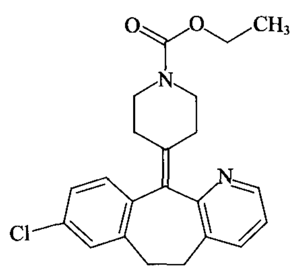
【规格】 0.25g

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

氯雷他定

Lüleitading

Loratadine



$C_{22}H_{23}ClN_2O_2$ 382.89

本品为4-(8-氯-5,6-二氢-11*H*-苯并[5,6]-环庚并[1,2-*b*]吡啶-11-烯基)-1-哌啶羧酸乙酯。按干燥品计算,含$C_{22}H_{23}ClN_2O_2$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末;无臭。

本品在甲醇、乙醇或丙酮中易溶;在0.1mol/L盐酸溶液中略溶;在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为133~137℃。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加稀盐酸溶液2ml溶解后,加碘化铋钾试液2~3滴,产生橙黄色沉淀。

(2)取本品适量,加乙醇制成每1ml中约含10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在247nm的波长处有最大吸收,在230nm的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集865图)一致。

【检查】 **有关物质** 取本品,用流动相制成每1ml中含0.2mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二钾2.28g,加水800ml使溶解,用磷酸调节pH值至6.0,再加水至1000ml)-甲醇(20:80)为流动相,检测波长为247nm,理论板数按氯雷他定峰计算不低于2000。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%,再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

残留溶剂 取本品适量,加内标溶液(精密称取甲醇适量,加*N*,*N*-二甲基甲酰胺制成每1ml中约含0.1mg的溶液)制成1ml中含0.1g的溶液,作为供试品溶液;精密量取正己烷、丙酮、四氢呋喃、异丙醇、二氯甲烷、乙腈、三氯甲烷、甲苯适量,加上述内标溶液制成每1ml中含上述组分分别为0.029mg、0.5mg、0.072mg、0.5mg、0.06mg、0.041mg、0.006mg、0.089mg的混合溶液,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第三法),用聚乙二醇为固定相毛细管柱,程序升温,起始温度40℃,维持10分钟,以每分钟20℃的速率升温至200℃,维持3分钟;进样口温度220℃;检测器温度240℃;氮气流速为每分钟3ml,分流比为10:1,精密量取对照品溶液1μl,注入气相色谱仪,各组分峰及内标峰之间的分离度均应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,按内标法以峰面积计算,含正己烷不得过0.029%,丙酮不得过0.5%,四氢呋喃不得过0.072%,异丙醇不得过0.5%,二氯甲烷不得过0.06%,乙腈不得过0.041%,三氯甲烷不得过0.006%,甲苯不得过0.089%。

氯化物 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ F第一法),应符合规定。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 取本品约0.3g,精密称定,加冰醋酸40ml使溶解,加结晶紫指示液1滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于38.29mg的$C_{22}H_{23}ClN_2O_2$。

【类别】 抗组胺药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)氯雷他定片 (2)氯雷他定胶囊 (3)氯雷他定颗粒

氯雷他定片

Lüleitading Pian

Loratadine Tablets

本品含氯雷他定($C_{22}H_{23}ClN_2O_2$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色片。

【鉴别】 （1）取本品细粉适量（约相当于氯雷他定10mg），加醋酸2ml溶解后，滤过，取续滤液加碘化铋钾试液2～3滴，生成橙黄色沉淀。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍（0.5%）；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。

含量均匀度 取本品1片，研细，加流动相适量分次转移至50ml量瓶中，照含量测定项下的方法，自"振摇使氯雷他定溶解"起，依法测定并计算每片的含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以盐酸溶液（9→1000）500ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经45分钟时，取溶液10ml滤过，取续滤液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在276nm±3nm的波长处测定吸光度。另取氯雷他定对照品适量，精密称定，加盐酸溶液（9→1000）溶解并定量稀释制成每1ml中约含20μg的溶液，同法测定，计算每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液（取磷酸氢二钾2.28g，加水800ml使溶解，用磷酸调节pH值至6.0，加水至1000ml）-甲醇（20∶80）为流动相；检测波长为247nm。理论板数按氯雷他定峰计算不低于2000，氯雷他定峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品20片，精密称定，研细，取细粉适量（约相当于氯雷他定10mg），精密称定，置50ml量瓶中，加流动相适量，振摇使氯雷他定溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取氯雷他定对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同氯雷他定。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光，密封保存。

氯雷他定胶囊

Lüleitading Jiaonang

Loratadine Capsules

本品含氯雷他定（$C_{22}H_{23}ClN_2O_2$）应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品内容物为白色或类白色颗粒或粉末。

【鉴别】 （1）取本品内容物适量（约相当于氯雷他定10mg），加醋酸5ml，振摇使溶解，滤过，取续滤液，滴加碘化铋钾试液1滴，产生橙红色沉淀。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 以含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。

含量均匀度 取本品1粒内容物，置50ml量瓶中，照含量测定项下的方法，自"加流动相适量，振摇使氯雷他定溶解"起，依法测定，并计算每粒的含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

溶出度 取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第一法），以盐酸溶液（9→1000）900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml滤过，取续滤液作为供试品溶液。除检测波长为276nm外，照含量测定项下的色谱条件，精密量取供试品溶液10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取氯雷他定对照品适量，精密称定，加盐酸溶液（9→1000）溶解并定量稀释制成每1ml中约含氯雷他定11μg的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ E）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐缓冲液（取磷酸氢二钾2.28g，加水800ml使溶解，用磷酸调节pH值至6.0，再加水至1000ml）-甲醇（20∶80）为流动相，检测波长为247nm。理论板数按氯雷他定峰计算不低于2000。

测定法 取本品20粒，精密称定，倾出内容物，精密称定囊壳的重量，求出平均装量，将内容物混合均匀，精密称取适量（约相当于氯雷他定10mg），置50ml量瓶中，加流动相适

量,振摇使氯雷他定溶解,并用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液10μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取氯雷他定对照品适量,精密称定,用流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同氯雷他定。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

氯雷他定颗粒

Lüleitading Keli

Loratadine Granules

本品含氯雷他定($C_{22}H_{23}ClN_2O_2$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色颗粒。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于氯雷他定10mg),用0.1mol/L盐酸溶液20ml振摇使溶解,滤过,取续滤液滴加磷钨酸试液3～5滴,应产生白色沉淀。

(2)取本品细粉适量,精密称定,用三氯甲烷溶解并稀释制成每1ml中含氯雷他定1mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取氯雷他定对照品适量,精密称定,用三氯甲烷溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述溶液各10μl,分别点于同一硅胶GF_{254}薄层板上,以苯-丙酮(4:1)为展开剂,展开,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视,供试品溶液所显主斑点的颜色和位置应与对照品溶液的主斑点一致。

(3)取本品细粉适量,加乙醇制成每1ml中含氯雷他定10μg的溶液,滤过,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在247nm波长处有最大吸收。

(4)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

以上(2)、(4)两项可选做一项。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的供试品溶液作为供试品溶液;取供试品溶液适量,用流动相稀释并制成每1ml中含1μg的溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2.5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

含量均匀度 取本品1包,置50ml(5mg规格)或100ml(10mg规格)量瓶中,照含量测定下的方法,自"加流动相适量,振摇使氯雷他定溶解"起,依法测定,并计算含量,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第三法),以0.1mol/L盐酸溶液100ml为溶出介质,转速为每分钟50转,依法操作,经30分钟时,取溶液5ml,滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取氯雷他定对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成与供试品溶液浓度相当的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法,依法测定,计算出每包的溶出量。限度为标示量的75%,应符合规定。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ N)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸盐缓冲液(取磷酸氢二钾2.28g,加水800ml使溶解,用磷酸调节pH值至6.0,再加水至1000ml)-甲醇(20:80)为流动相,检测波长为247nm。理论板数按氯雷他定峰计算不低于2000。

测定法 取本品10包,精密称定,研细,取细粉适量(约相当于氯雷他定10mg),精密称定,置100ml量瓶中,加流动相适量,振摇使氯雷他定溶解,并用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,作为供试品溶液,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取氯雷他定对照品适量,精密称定,加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,作为对照品溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同氯雷他定。

【规格】 (1)5mg　(2)10mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

氯霉素耳丸

Lümeisu Erwan

Chloramphenicol Ear Pills

本品含氯霉素($C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$)应为标示量的90.0%～120.0%。

【性状】 本品为淡黄色至黄色圆珠形滴丸。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于氯霉素10mg),加稀乙醇1ml溶解后,加1%氯化钙溶液3ml与锌粉50mg,置水浴上加热10分钟,倾取上清液,加苯甲酰氯约0.1ml,立即强力振摇1分钟,加三氯化铁试液0.5ml与二氯甲烷2ml,振摇,水层显紫红色。不加锌粉同法试验,应不显色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **溶解度** 取本品1粒(17mg规格)或2粒(7mg规格),加稀乙醇5ml,应完全溶解。

有关物质 取本品适量,加甲醇适量(按每10mg氯霉素加甲醇1ml)使溶解后,用流动相定量稀释制成每1ml中约含

氯霉素 0.5mg 的溶液，摇匀，作为供试品溶液；另精密称取氯霉素二醇物对照品与对硝基苯甲醛对照品适量，按氯霉素二醇物每 10mg 加甲醇 1ml 使溶解，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含氯霉素二醇物 20μg 与对硝基苯甲醛 3μg 的混合溶液，作为杂质对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件试验，取杂质对照品溶液 10μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使氯霉素二醇物峰的峰高约为满量程的 50%；精密量取供试品溶液与杂质对照品溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，含氯霉素二醇物不得过 2.0%，含对硝基苯甲醛不得过 0.5%。

溶散时限　在 100 分钟内全部溶散(附录Ⅹ A)。

其他　应符合丸剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ H)。

【含量测定】　取本品 20 粒，精密称定，研细，精密称取适量，加甲醇适量(按每 10mg 氯霉素加甲醇 1ml)使溶解后，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含氯霉素 0.1mg 的溶液，照氯霉素项下的方法测定，即得。

【类别】　同氯霉素。

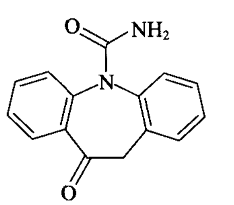
【规格】　(1)7mg　(2)17mg

【贮藏】　密闭保存。

奥卡西平

Aokaxiping

Oxcarbazepine



$C_{15}H_{12}N_2O_2$　252.27

本品为 10,11-二氢-10-氧代-5*H*-二苯并[*b*,*f*]氮杂䓬-5-甲酰胺。按干燥品计算，含 $C_{15}H_{12}N_2O_2$ 应为 98.0%～102.0%。

【性状】　本品为白色至淡黄色的结晶性粉末；几乎无臭。

本品在三氯甲烷中略溶，在甲醇、丙酮和二氯甲烷中微溶，在水、乙醇、0.1mol/L 盐酸溶液或 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中几乎不溶。

【鉴别】　(1)取本品约 0.1g，加硝酸 2ml，置水浴上加热，即显橙红色。

(2)取本品，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 20μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 254nm 与 305nm 的波长处有最大吸收，在 248nm 与 281nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】　**酸碱度**　取本品 1.0g，加新沸过的冷水 20ml，搅拌 15 分钟，滤过，取续滤液 10ml，加酚酞指示液 1 滴，用氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)滴定，消耗氢氧化钠滴定液(0.01mol/L)不得过 0.7ml；再加甲基红指示液 3 滴，用盐酸滴定液(0.01mol/L)滴定，消耗盐酸滴定液(0.01mol/L)不得过 1.2ml。

甲醇溶液的澄清度与颜色　取本品，加甲醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.5mg 的溶液，溶液应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，不得更浓；如显色，与黄色 2 号或黄绿色 2 号标准比色液(附录Ⅸ A 第一法)比较，不得更深。

氯化物　取本品 1.0g，加水 100ml，煮沸，放冷，滤过，取续滤液 25ml，依法检查(附录Ⅷ A)，与标准氯化钠溶液 3.5ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.014%)。

硫酸盐　取本品 1.0g，加水 100ml，煮沸，放冷，滤过，取续滤液 40ml，依法检查(附录Ⅷ B)，与标准硫酸钾溶液 1.2ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.03%)。

有关物质　避光操作。取本品 40mg，置 20ml 量瓶中，加乙腈 8ml，超声使溶解，用 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液(临用新制)；精密量取 1ml，置 200ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。除检测波长为 230nm 外，照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 4 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.4 倍(0.2%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

残留溶剂　甲醇、二氯甲烷、乙醇、三氯甲烷与甲苯　精密称取甲醇、二氯甲烷、无水乙醇、三氯甲烷与甲苯适量，加二甲基甲酰胺定量稀释制成每 1ml 中分别约含甲醇 188μg、二氯甲烷 38μg、乙醇 310μg、三氯甲烷 3.8μg 与甲苯 56μg 的溶液，精密量取 5ml，置顶空进样瓶中，密封，作为对照品溶液；另取本品约 0.31g，精密称定，置顶空进样瓶中，精密加二甲基甲酰胺 5ml，摇匀，密封，作为供试品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P 第二法)测定，以聚乙二醇为固定液的毛细管柱为色谱柱；起始温度 35℃，保持 7 分钟，以每分钟 8℃的速率升温至 70℃，再以每分钟 40℃的速率升温至 200℃，保持 1 分钟；检测器温度为 250℃；进样口温度为 200℃。顶空瓶平衡温度 90℃，平衡时间 30 分钟。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液，分别顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

干燥失重　取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品 1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残

渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.0)(40∶60)为流动相；检测波长为256nm。理论板数按奥卡西平峰计算不低于2000。

测定法 避光操作。取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥卡西平对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 抗惊厥药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

【制剂】 奥卡西平片

奥卡西平片

Aokaxiping Pian

Oxcarbazepine Tablets

本品含奥卡西平($C_{15}H_{12}N_2O_2$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为薄膜衣片，除去包衣后显淡黄色。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于奥卡西平0.1g)，加硝酸2ml，置水浴上加热，即显橙红色。

(2)取本品细粉适量，加甲醇制成每1ml中含奥卡西平20μg的溶液，滤过，取续滤液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在254nm与305nm的波长处有最大吸收，在248nm与281nm的波长处有最小吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 避光操作。取本品细粉适量(约相当于奥卡西平40mg)，置20ml量瓶中，加乙腈8ml，超声使奥卡西平溶解，用0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.0)稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液(临用新制)；精密量取1ml，置200ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。除检测波长为230nm外，照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的4倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%)。

溶出度 避光操作。取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.6%十二烷基硫酸钠溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟60转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取奥卡西平对照品约33mg，精密称定，置100ml量瓶中，加乙腈10ml，超声使溶解，用溶出介质稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件，精密量取对照品溶液与供试品溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算每片的溶出量。限度为标示量的75%，应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(用磷酸调节pH值至3.0)(40∶60)为流动相；检测波长为256nm。理论板数按奥卡西平峰计算不低于2000。

测定法 避光操作。取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于奥卡西平20mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，超声使奥卡西平溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥卡西平对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同奥卡西平。

【规格】 0.3g

【贮藏】 遮光，密封保存。

奥美拉唑钠肠溶片

Aomeilazuona Changrongpian

Omeprazole Sodium Enteric-coated Tablets

本品含奥美拉唑钠按奥美拉唑($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为肠溶薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的水溶液显钠盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **有关物质** 避光操作。取本品细粉适量(约相当于奥美拉唑20mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，超声使奥美拉唑钠溶解并稀释至刻度，摇匀，离心，必要时滤膜滤过，取上清液(或续滤液)作为供试品溶液(临用新制)；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的15%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3.5

倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。

含量均匀度　以含量测定项下测得的每片含量计算，应符合规定(附录Ⅹ E)。

释放度　取本品，照释放度测定法(附录Ⅹ D第二法 方法2)，采用溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)装置，以0.1mol/L盐酸溶液900ml为释放介质，转速为每分钟100转，依法操作，经120分钟时，立即将转篮升出液面，随即将转篮放入预热至37℃±0.5℃磷酸盐缓冲液(pH 6.8)900ml的溶液中，转速不变，继续依法操作，经30分钟时，取溶液滤过，取续滤液作为供试品溶液；另精密称取奥美拉唑钠对照品适量(约相当于奥美拉唑20mg)，置100ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置100ml量瓶(10mg规格)或50ml量瓶(20mg规格)中，用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。取供试品溶液与对照品溶液，照含量测定项下的方法测定，计算每片的释放量。限度为标示量的70%，应符合规定。

耐酸力　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以0.1mol/L盐酸溶液900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经120分钟时，取下转篮，用水冲洗表面酸液，将片置于50ml量瓶(10mg规格)或100ml量瓶(20mg规格)中，加磷酸盐缓冲液(pH 11.0)适量，超声使溶解，放冷，照含量测定项下的方法，自"加乙醇10ml"起依法测定，按外标法以峰面积计算，6片中每片含量不得少于标示量的90%；如有1～2片小于标示量的90%，平均含量不得少于标示量的90%。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.01mol/L磷酸氢二钠溶液(用磷酸调节pH值至7.6)-乙腈(75∶25)为流动相，检测波长为302nm。取奥美拉唑钠对照品1mg与奥美拉唑砜化物(5-甲氧基-2-〔〔(4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基)-甲基〕-磺酰基〕-1*H*-苯并咪唑)对照品1mg，加流动相溶解至10ml，摇匀，取20μl注入液相色谱仪，奥美拉唑钠峰与奥美拉唑砜化物峰的分离度应大于2.0。理论板数按奥美拉唑峰计算不低于2000。

测定法　取本品10片，分别置于50ml量瓶(10mg规格)或100ml量瓶(20mg规格)中，加磷酸盐缓冲液(pH 11.0)适量，超声使崩解，加乙醇10ml(10mg规格)或20ml(20mg规格)，超声15分钟，放冷，用磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥美拉唑钠对照品适量(约相当于奥美拉唑20mg)，精密称定，置100ml量瓶中，加乙醇20ml与磷酸盐缓冲液(pH 11.0)约60ml，振摇使溶解，用磷酸盐缓冲液(pH 11.0)稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，同法测定。按外标法以峰面积计算10片平均含量，即得。

【类别】　质子泵抑制剂。

【规格】　按$C_{17}H_{19}N_3O_3S$计　(1)10mg　(2)20mg

【贮藏】　密封，在阴凉干燥处保存。

注：磷酸盐缓冲液(pH 11.0)　取0.25mol/L磷酸钠溶液110ml和0.5mol/L磷酸氢二钠溶液220ml，用水稀释至1000ml，摇匀，即得。

注射用奥美拉唑钠

Zhusheyong Aomeilazuona

Omeprazole Sodium for Injection

本品为奥美拉唑钠的无菌冻干品。含奥美拉唑钠以奥美拉唑($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)计应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】　本品为白色或类白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】　(1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品，加0.1mol/L氢氧化钠溶液制成每1ml中约含奥美拉唑20μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在276nm与305nm的波长处有最大吸收，其吸光度比值应为1.6～1.8。

(3)本品的水溶液显钠盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】　溶液的澄清度与颜色　取本品5瓶，加新沸放冷的水适量使溶解并制成每1ml中约含奥美拉唑4.0mg的溶液，溶液应澄清，如显浑浊，与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，不得更浓；取溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在440nm的波长处测定，吸光度不得过0.1。

碱度　取溶液的澄清度与颜色项下的溶液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为10.1～11.1。

有关物质　避光操作。取奥美拉唑砜化物(5-甲氧基-2-〔〔(4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基)-甲基〕-磺酰基〕-1*H*-苯并咪唑)对照品约6mg，精密称定，置100ml量瓶中，加乙腈5ml使溶解，用溶剂(同含量测定项下)稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用溶剂稀释制成每1ml中约含0.6μg的溶液，作为杂质对照品溶液。另精密量取含量测定项下的供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用溶剂稀释至刻度，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，量取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。精密量取杂质对照品溶液、对照溶液和含量测定项下的供试品溶液(配制后15分钟内进样)各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰(包括奥美拉唑砜化物)，单个杂质峰面积均不得大于对照溶液的主峰面积；如奥美拉唑砜

化物的峰面积大于对照溶液主峰面积的0.3倍，按外标法以峰面积计算，不得过标示量的1.0%；各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍。

含量均匀度（20mg规格）避光操作。取本品1瓶，加0.01mol/L四硼酸钠溶液适量使内容物溶解，定量转移至100ml量瓶中并稀释至刻度，摇匀，精密量取2ml，置50ml量瓶中，用含20%乙醇的0.01mol/L四硼酸钠溶液稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在305nm的波长处测定吸光度；另精密称取奥美拉唑钠对照品适量，加含20%乙醇的0.01mol/L的四硼酸钠溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含奥美拉唑8μg的溶液，同法测定吸光度，计算含量，应符合规定（附录Ⅹ E）。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每1mg奥美拉唑中含内毒素的量应小于2.0EU。

水分　取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法）测定，含水分不得过7.0%。

无菌　取本品，分别加灭菌注射用水（或0.1%的蛋白胨水溶液）制成每1ml中约含奥美拉唑8mg的溶液，用薄膜过滤法处理后，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以硫酸氢四丁基铵溶液-磷酸盐缓冲液（pH 7.4）-乙腈（5∶69∶26）为流动相；检测波长为280nm。取奥美拉唑钠1mg与奥美拉唑磺酰化物（同有关物质项下）对照品1mg，加流动相溶解并稀释至10ml，摇匀，取20μl注入液相色谱仪，理论板数按奥美拉唑峰计算不低于1500，奥美拉唑峰与奥美拉唑磺酰化物峰的分离度应大于3.0。

测定法　避光操作。取本品5瓶，分别加溶剂[取乙腈200ml，加磷酸盐缓冲液（pH 11.0）稀释至1000ml，即得]适量使内容物溶解，定量转移至同一200ml量瓶中并稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用溶剂稀释制成每1ml中约含奥美拉唑0.1mg的溶液，作为供试品溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥美拉唑钠对照品适量，精密称定，加溶剂溶解并稀释制成每1ml中约含奥美拉唑0.1mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。1mg奥美拉唑钠相当于0.9401mg的奥美拉唑。

注：

（1）磷酸盐缓冲液（pH 7.4）：取磷酸二氢钠（$NaH_2PO_4 \cdot H_2O$）0.166g与磷酸氢二钠（$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$）1.074g，加水溶解并稀释至1000ml，调节pH值至7.4±0.1，即得。

（2）硫酸氢四丁基铵溶液：取硫酸氢四丁基铵6.78g与氢氧化钠0.8g，加磷酸盐缓冲液（pH 7.4）溶解并稀释至1000ml，即得。

（3）磷酸盐缓冲液（pH 11.0）：取磷酸钠（$Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$）0.34g与磷酸氢二钠（$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$）0.627g，加水溶解并稀释至1000ml，调节pH值至11.0±0.2，即得。

（4）溶剂：取乙腈200ml，加磷酸盐缓冲液（pH 11.0）稀释至1000ml，即得。

【类别】　H^+，K^+-ATP酶抑制剂。

【规格】　按$C_{17}H_{19}N_3O_3S$计　（1）20mg　（2）40mg

【贮藏】　密闭，在凉暗处保存。

附：

1. 注射用奥美拉唑钠（静脉注射）专用溶剂的质量标准

专用溶剂①：聚乙二醇400溶液

【性状】　本品为无色澄明液体，略黏稠。

【检查】　**折光率**　本品的折光率应为1.384～1.389（附录Ⅵ F）。

pH值　应为4.0～5.0（附录Ⅵ H）。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每1ml本品中含内毒素的量应小于8.5EU。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【规格】　10ml

【贮藏】　避光，在15～25℃密封保存。

专用溶剂②：磷酸二氢钠和聚乙二醇400用注射用水配制的溶液

【性状】　本品为无色澄清液体，略黏稠。

【鉴别】　本品显钠盐与磷酸盐的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】　**折光率**　本品的折光率（附录Ⅵ F）为1.3830～1.3880。

pH值　应为5.0～8.0（附录Ⅵ H）。

细菌内毒素　取本品，依法测定（附录Ⅺ E），每1ml中含内毒素的量应小于8.5EU。

【规格】　10ml

【贮藏】　密闭保存。

2. 注射用奥美拉唑钠（静脉滴注）专用溶剂的质量标准

专用溶剂③：氯化钠的等渗灭菌水溶液

除pH值应为3.5～5.5外，其他应符合氯化钠注射液（中国药典2010年版二部）项下的各项规定。

奥美拉唑镁肠溶片

Aomeilazuomei Changrongpian

Omeprazole Magnesium Enteric-coated Tablets

本品含奥美拉唑镁按奥美拉唑（$C_{17}H_{19}N_3O_3S$）计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为肠溶薄膜衣片，除去包衣后显类白色至淡黄色。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液

主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 有关物质 避光操作。取本品细粉适量(约相当于奥美拉唑20mg),置50ml量瓶中,加甲醇适量,超声使奥美拉唑镁溶解并稀释至刻度,摇匀,离心,必要时滤膜滤过,精密量取上清液(或续滤液)5ml,置10ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液(临用新制);精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的15%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。

含量均匀度 以含量测定项下测得的每片含量计算,应符合规定(附录Ⅹ E)。

释放度 取本品,照释放度测定法(附录Ⅹ D第二法 方法1),采用溶出度测定法(附录ⅩC第二法)装置,以0.1mol/L盐酸溶液750ml为释放介质,转速为每分钟100转,依法操作,经120分钟时,随即在操作容器中加预热至37°C±0.5℃的0.2mol/L磷酸钠溶液250ml,用2mol/L盐酸溶液或2mol/L氢氧化钠溶液调节混合释放介质的pH值至6.8,转速不变,继续依法操作,经30分钟时,取溶液滤过,作为供试品溶液;另精密称取奥美拉唑镁对照品适量(约相当于奥美拉唑20mg),置100ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置100ml量瓶(10mg规格)或50ml量瓶(20mg规格)中,用混合释放介质稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。取供试品溶液和对照品溶液,照含量测定项下的方法测定,计算每片的释放量。限度为标示量的75%,应符合规定。

耐酸力 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以0.1mol/L盐酸溶液750ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经120分钟时,取出片,用水冲洗表面酸液,置乳钵中,加甲醇适量研磨,并用甲醇分次转移至50ml量瓶(10mg规格)或100ml量瓶(20mg规格)中,超声使溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。照含量测定项下的方法测定,6片中每片含量不得少于标示量的90%;如有1~2片小于标示量的90%,平均含量不得少于标示量的90%。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.01mol/L磷酸氢二钠溶液(用磷酸调节pH值至7.6)-乙腈(75:25)为流动相,检测波长为302nm。取奥美拉唑镁对照品1mg与奥美拉唑磺酰化物(5-甲氧基-2-〔〔(4-甲氧基-3,5-二甲基-2-吡啶基)-甲基〕-磺酰基〕-1*H*-苯并咪唑)对照品1mg,加流动相溶解并稀释至10ml,摇匀,取20μl注入液相色谱仪,奥美拉唑峰与奥美拉唑磺酰化物峰的分离度应大于2.0,理论板数按奥美拉唑峰计算不低于2000。

测定法 取本品10片,分别置50ml量瓶(10mg规格)或100ml量瓶(20mg规格)中,加甲醇适量,超声使奥美拉唑镁溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取奥美拉唑镁对照品适量(约相当于奥美拉唑20mg),精密称定,置100ml量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀,同法测定。按外标法以峰面积计算10片平均含量,即得。

【类别】 质子泵抑制剂。

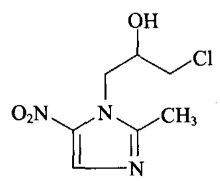
【规格】 按$C_{17}H_{19}N_3O_3S$计 (1)10mg (2)20mg

【贮藏】 遮光,密封,在阴凉干燥处保存。

奥 硝 唑

Aoxiaozuo

Ornidazole



$C_7H_{10}ClN_3O_3$ 219.63

本品为1-(3-氯-2-羟丙基)-2-甲基-5-硝基咪唑。按干燥品计算,含$C_7H_{10}ClN_3O_3$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色至微黄色结晶性粉末;无臭,味苦;遇光色渐变黄。

本品在乙醇中易溶,在水中略溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为86~90℃。

【鉴别】 (1)取本品约0.1g,加硫酸溶液(3→100)5ml溶解后,加三硝基苯酚试液2ml,即产生黄色沉淀。

(2)取本品约0.1g,加水10ml与氢氧化钠试液2ml,加热煮沸5分钟,放冷,加稀硝酸2ml,滴加硝酸银试液即生成白色沉淀。

(3)取本品,加乙醇溶解并稀释制成每1ml中约含20μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在230nm与312nm的波长处有最大吸收,在262nm的波长处有最小吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 乙醇溶液的澄清度与颜色 取本品0.50g,加乙醇10ml,振摇使溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与黄色或黄绿色3号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

氯化物　取本品0.3g，依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.02%）。

硫酸盐　取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ B），与标准硫酸钾溶液2.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.02%）。

铵盐　取本品67mg，依法检查（附录Ⅷ K），应符合规定（0.03%）。

有关物质　取本品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液适量，用流动相定量稀释制成每1ml中含0.5μg的溶液，摇匀，作为对照溶液；另取2-甲基-5-硝基咪唑（杂质Ⅰ）对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含0.2μg的溶液，作为对照品溶液；取供试品溶液适量加热回流1小时，放冷，取此溶液与上述对照品溶液1：1混合，摇匀，作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（4.6mm×250mm，5μm，或效能相当的色谱柱），以甲醇-水（20：80）为流动相，检测波长为318nm。取系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，奥硝唑峰的保留时间约为24分钟，杂质Ⅰ峰、热降解产物1峰（相对保留时间约为0.28）、热降解产物2峰（相对保留时间约为0.56）、奥硝唑峰各峰之间的分离度均应符合要求。再取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%；再精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的1.5倍。供试品溶液的色谱图中如有与杂质Ⅰ峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过0.2%，其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（0.5%）。

干燥失重　取本品，在60℃减压干燥至恒重，减失重量不得过0.5%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣　取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

铁盐　取炽灼残渣项下遗留的残渣，加硝酸0.5ml，水浴蒸干，再加稀盐酸4ml，微热溶解后，用水30ml分次洗入50ml纳氏比色管中，再加过硫酸铵50mg，依法检查（附录Ⅷ G），与标准铁溶液2.0ml用同法制成的对照液比较，不得更深（0.002%）。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】　取本品约0.2g，精密称定，加醋酐30ml溶解后，加萘酚苯甲醇指示液2滴，用高氯酸滴定液（0.1mol/L）滴定至溶液显绿色，并将滴定的结果用空白试验校正，每1ml的高氯酸滴定液（0.1mol/L）相当于21.96mg的$C_7H_{10}ClN_3O_3$。

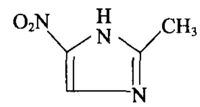
【类别】　抗厌氧菌、阿米巴虫、滴虫、贾第虫感染药。

【贮藏】　遮光，密封保存。

【制剂】　（1）奥硝唑片　（2）奥硝唑分散片　（3）奥硝唑阴道泡腾片　（4）奥硝唑阴道栓　（5）奥硝唑注射液　（6）奥硝唑胶囊　（7）奥硝唑葡萄糖注射液　（8）奥硝唑氯化钠注射液　（9）注射用奥硝唑

附：

杂质Ⅰ



$C_4H_5N_3O_2$　127.1

化学名：2-甲基-5-硝基咪唑

英文名：2-Methyl-5-nitroimidazole

奥硝唑片

Aoxiaozuo Pian

Ornidazole Tablets

本品含奥硝唑（$C_7H_{10}ClN_3O_3$）应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】　（1）取本品细粉适量（约相当于奥硝唑0.1g），加硫酸溶液（3→100）5ml，振摇使奥硝唑溶解，滤过，取滤液，加三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）取本品细粉适量，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，滤过，取续滤液照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在277nm的波长处有最大吸收，在242nm的波长处有最小吸收。

【检查】　**有关物质**　取含量测定项下的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照奥硝唑有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。

溶出度　取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第二法），以0.1mol/L盐酸溶液1000ml为溶剂，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml滤过，精密量取续滤液适量，用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含奥硝唑15μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在277nm的波长处测定吸光度；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含15μg的溶液，同法测定，计算出每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶

为填充剂，以甲醇-水(20∶80)为流动相，检测波长为318nm。取有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰(相对保留时间约为0.56)与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于奥硝唑100mg)，置100ml量瓶中，加流动相振摇使奥硝唑溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同奥硝唑。

【规格】　(1)0.1g　(2)0.25g　(3)0.5g

【贮藏】　遮光，密封保存。

奥硝唑分散片

Aoxiaozuo Fensanpian

Ornidazole Dispersible Tablets

本品含奥硝唑($C_7H_{10}ClN_3O_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】　本品为类白色或微黄色片。

【鉴别】　(1)取本品细粉适量(约相当于奥硝唑0.1g)，加硫酸溶液(3→100)5ml，振摇使奥硝唑溶解，滤过，取滤液，加三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量(约相当于奥硝唑0.1g)，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，滤过，取滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在277nm的波长处有最大吸收，在242nm的波长处有最小吸收。

【检查】　**有关物质**　取含量测定项下的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照奥硝唑有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.1mol/L盐酸溶液1000ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经15分钟时，取溶液10ml滤过，精密量取续滤液适量，用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含奥硝唑15μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在277nm的波长处测定吸光度；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含15μg的溶液，同法测定，计算出每片的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水(20∶80)为流动相，检测波长为318nm。取有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰(相对保留时间约为0.56)与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于奥硝唑100mg)，置100ml量瓶中，加流动相振摇使奥硝唑溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同奥硝唑。

【规格】　0.25g

【贮藏】　遮光，密封保存。

奥硝唑阴道泡腾片

Aoxiaozuo Yindao Paotengpian

Ornidazole Vaginal Effervescent Tablets

本品含奥硝唑($C_7H_{10}ClN_3O_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片，表面有轻微的隐斑。

【鉴别】　(1)取本品细粉适量(约相当于奥硝唑0.1g)，加硫酸溶液(3→100)5ml，振摇使奥硝唑溶解，滤过，取滤液，加三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，滤过，取续滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在277nm的波长处有最大吸收，在242nm的波长处有最小吸收。

【检查】　**酸度**　取本品5片，投入50ml水中，搅拌使奥硝唑溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为4.0～5.5。

发泡量　取25ml具塞刻度试管10支(内径约为1.5cm)，各精密加水2ml，置37℃±1℃水浴中5分钟后，各管中分别投入本品1片，密塞20分钟，观察最大发泡量的体积，平均发泡体积应不少于15ml，且少于10ml的不得过2片。

有关物质　取含量测定项下的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液，照奥硝唑有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

其他 除崩解时限不检查外，应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水（20∶80）为流动相，检测波长为318nm。取有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰（相对保留时间约为0.56）与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品10片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于奥硝唑100mg），置100ml量瓶中，加流动相振摇使奥硝唑溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。精密量取20μl，注入高效液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同奥硝唑。

【规格】 0.5g

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉干燥处保存。

奥硝唑阴道栓

Aoxiaozuo Yindaoshuan

Ornidazole Vaginal Suppositories

本品含奥硝唑（$C_7H_{10}ClN_3O_3$）应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为类白色至淡黄色的栓剂。

【鉴别】 （1）取本品1粒，加硫酸溶液（3→100）10ml，水浴加热并振摇使奥硝唑溶解，放冷，滤过，取滤液，加三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）取本品，切成碎末，称取适量（约相当于奥硝唑0.1g），加乙醇20ml，水浴加热并振摇使奥硝唑溶解，放冷，滤过，取滤液用乙醇稀释制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在230nm与312nm的波长处有最大吸收，在262nm的波长处有最小吸收。

【检查】 **其他** 应符合栓剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ D）。

【含量测定】 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水（20∶80）为流动相，检测波长为318nm。取奥硝唑有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰（相对保留时间约为0.56）与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取本品10粒，精密称定，切成碎末，精密称取适量（约相当于奥硝唑100mg），置200ml量瓶中，加流动相适量，水浴加热并振摇使奥硝唑溶解，放冷，用流动相稀释至刻度，置冰浴中冷却1小时，取出后立即滤过，精密量取放置至室温的滤液5ml，置25ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。精密量取20μl，注入高效液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同奥硝唑。

【规格】 0.5g

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

奥硝唑注射液

Aoxiaozuo Zhusheye

Ornidazole Injection

本品为奥硝唑的灭菌水溶液。含奥硝唑（$C_7H_{10}ClN_3O_3$）应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品为微黄绿色至淡黄绿色的澄明液体。

【鉴别】 （1）取本品适量（约相当于奥硝唑0.1g），加硫酸溶液（3→100）5ml及三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

（3）取本品，用0.1mol/L盐酸溶液稀释制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在277nm的波长处有最大吸收，在242nm的波长处有最小吸收。

【检查】 **pH值** 应为2.5～4.0（附录Ⅵ H）。

颜色 取本品，加水制成每1ml中约含奥硝唑50mg的溶液，与黄绿色3号标准比色液（附录Ⅸ A第一法）比较，不得更深。

有关物质 取含量测定项下的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照奥硝唑有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（1.0%）。

细菌内毒素 取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每1mg奥硝唑中内毒素的含量应小于0.30EU。

无菌 取本品，采用薄膜过滤法，以适量0.1%蛋白胨水溶液冲洗，生孢梭菌为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水(20∶80)为流动相，检测波长为318nm。取有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰(相对保留时间约为0.56)与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法 精密量取本品适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含奥硝唑0.1mg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同奥硝唑。

【规格】 (1)5ml∶0.25g (2)5ml∶0.5g (3)10ml∶0.5g

【贮藏】 遮光，密闭，在凉暗处保存。

奥硝唑胶囊

Aoxiaozuo Jiaonang

Ornidazole Capsules

本品含奥硝唑($C_7H_{10}ClN_3O_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】 本品内容物为白色至微黄色颗粒或粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于奥硝唑0.1g)，加硫酸溶液(3→100)5ml，振摇使奥硝唑溶解，滤过，取滤液，加三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品内容物适量，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，滤过，取续滤液照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在277nm的波长处有最大吸收，在242nm的波长处有最小吸收。

【检查】 **有关物质** 取含量测定项下的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照奥硝唑有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以0.1mol/L盐酸溶液1000ml为溶出介质，转速为每分钟50转，依法操作，经30分钟时，取溶液10ml滤过，精密量取续滤液适量，用0.1mol/L盐酸溶液定量稀释制成每1ml中约含奥硝唑15μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在277nm的波长处测定吸光度；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含15μg的溶液，同法测定，计算每粒的溶出量。限度为标示量的80%，应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水(20∶80)为流动相，检测波长为318nm。取有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰(相对保留时间约为0.56)与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下的内容物，研细，混合均匀，精密称取适量(约相当于奥硝唑100mg)，置100ml量瓶中，加流动相振摇使奥硝唑溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同奥硝唑。

【规格】 (1)0.1g (2)0.125g (3)0.25g

【贮藏】 遮光，密封保存。

奥硝唑葡萄糖注射液

Aoxiaozuo Putaotang Zhusheye

Ornidazole and Glucose Injection

本品为奥硝唑与葡萄糖的灭菌水溶液。含奥硝唑($C_7H_{10}ClN_3O_3$)应为标示量的93.0%～107.0%；含葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品适量(约相当于奥硝唑0.1g)，置水浴蒸干，残渣加硫酸溶液(3→100)5ml溶解后，加三硝基苯酚试液2ml，即产生黄色沉淀。

(2)取本品，缓缓滴入碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)取本品，用0.1mol/L盐酸溶液稀释制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在277nm的波长处有最大吸收，在242nm的波长处有最小吸收。

【检查】 **pH值** 应为3.0～4.0(附录Ⅵ H)。

颜色 取本品，与黄绿色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较，不得更深。

5-羟甲基糠醛 取本品作为供试品溶液；精密称取5-羟甲基糠醛对照品适量，用流动相稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，作为对照品溶液。照奥硝唑有关物质项下的色谱条件试验，检测波长改为284nm。精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。

供试品溶液的色谱图中如有与5-羟甲基糠醛保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，不得过葡萄糖标示量的0.02%。

有关物质　取含量测定项下的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照奥硝唑有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

重金属　取本品适量(约相当于葡萄糖3g)，置水浴上蒸发至约20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml与水适量使成25ml，依法检查(附录Ⅷ H第一法)，含重金属不得过葡萄糖标示量的百万分之五。

渗透压摩尔浓度　应为260～320mOsmol/kg(附录Ⅸ G)。

细菌内毒素　取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1ml中内毒素的含量应小于0.50EU。

无菌　取本品，采用薄膜过滤法，以适量0.1%蛋白胨水溶液冲洗，生孢梭菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】　奥硝唑　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水(20∶80)为流动相，检测波长为318nm。取有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰(相对保留时间约为0.56)与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法　精密量取本品适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含奥硝唑0.1mg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

葡萄糖　取本品，在25℃时，依法测定旋光度(附录Ⅵ E)，与2.0852相乘，即得供试量中含有$C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$的重量(g)。

【类别】　同奥硝唑。

【规格】　100ml：奥硝唑0.5g与葡萄糖5.0g

【贮藏】　遮光，密闭，在凉暗处保存。

注射用奥硝唑

Zhusheyong Aoxiaozuo

Ornidazole for Injection

本品为奥硝唑加适量甘露醇制成的无菌冻干品。每瓶含奥硝唑($C_7H_{10}ClN_3O_3$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】　本品为白色疏松块状物或粉末。

【鉴别】　(1)取本品适量(约相当于奥硝唑0.1g)，加硫酸溶液(3→100)5ml溶解后，加三硝基苯酚试液2ml，即生成黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品适量，加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml中约含奥硝唑20μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在277nm的波长处有最大吸收，在242nm的波长处有最小吸收。

【检查】　酸度　取本品，加水制成每1ml中含奥硝唑12.5mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为2.3～4.5。

溶液的澄清度与颜色　取本品5瓶，分别加水制成每1ml中含奥硝唑50mg的溶液，溶液应澄清无色；如显色，与黄绿色3号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较，均不得更深。

有关物质　取含量测定项下的溶液作为供试品溶液；精密量取供试品溶液1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照奥硝唑有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

水分　取本品适量，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法)测定，含水分不得过3.0%。

细菌内毒素　取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg奥硝唑中含内毒素的量应小于0.30EU。

无菌　取本品，采用薄膜过滤法，以适量0.1%蛋白胨水溶液冲洗，以生孢梭菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以甲醇-水(20∶80)为流动相，检测波长为318nm。取有关物质检查项下的系统适用性溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，热降解产物2峰(相对保留时间约为0.56)与奥硝唑峰之间的分离度应符合要求。

测定法　取本品5瓶，加流动相溶解并定量转移至250ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取适量，用流动相定量稀释制成每1ml中约含奥硝唑0.1mg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取奥硝唑对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　同奥硝唑。

【规格】　0.25g

【贮藏】　遮光，密闭，在凉暗处保存。

蒙　脱　石

Mengtuoshi

Montmorillonite

本品系取天然的膨润土经水洗加工制成，含水硅酸镁钙。本品按干燥品计算，含二氧化硅（SiO_2）应为55.0%～65.0%，含三氧化二铝（Al_2O_3）应为12.0%～25.0%。

【性状】 本品为类白色或灰白色或微黄色或微红色细粉，加水湿润后有类似黏土的气味且颜色加深。本品在水、稀盐酸或氢氧化钠试液中几乎不溶。

【鉴别】 （1）取本品与氟化钙各0.5g，置同一坩埚中，加硫酸1ml湿润，用已加水1滴的表面皿盖住坩埚，如必要可缓缓加热，在水滴表面有白色胶状体生成。

（2）取本品适量，置于载样架上，将载样架放入干燥器（含饱和氯化钠溶液，20℃时相对湿度约75%）中约12小时后取出，将载样架上的样品压平，照X射线粉末衍射法（附录Ⅸ F）测定，以CuK_α为光源，光管电压和光管电流分别为40kV和40mA，发射狭缝、散射狭缝和接受狭缝分别设置为1°、1°和0.15mm（或相当参数要求），在衍射角（2θ）2°～80°的范围内扫描，记录衍射图谱。供试品的X射线粉末衍射图谱应与对照品图谱中的蒙脱石特征峰[衍射角（2θ）分别约为5.8°、19.8°和61.9°]一致。

（3）本品含量测定三氧化二铝项下的溶液显铝盐的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】 **酸碱度** 取本品约0.2g，加水20ml，置水浴上加热2～3分钟后，放冷，滤过，取滤液，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为5.0～9.0。

氯化物 取本品0.20g，加水25ml与硝酸1滴，煮沸5分钟，滤过，取滤液依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液5.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.025%）。

碳酸盐 取本品0.2g，置试管中，加水2ml，摇匀，加2mol/L醋酸溶液2ml，迅速用附有玻璃弯管的塞子密塞，缓缓加热，将逸出的气体导入氢氧化钙试液中，不得有白色沉淀产生。

水中溶解物 取本品12.50g，加水100ml混匀，置水浴上加热15分钟，放冷，用水稀释至原体积，以每分钟3000转的转速离心15分钟，取上清液（若不澄清，用0.22μm的滤膜滤过）40ml，置预先在105℃干燥至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干并在105℃干燥至恒重，残留物不得过0.7%。

方英石及其他杂质 取鉴别（2）项下的供试品，照鉴别（2）项下的X射线粉末衍射条件，在衍射角（2θ）15°～35°的范围内以每分钟1°的速度扫描，记录衍射图谱，以图谱的基线为底线，分别量取蒙脱石特征峰（2θ约为19.8°）、方英石衍射峰（2θ约为22.0°）和其他杂质衍射峰的峰顶至底线的高度，计算各峰高相对于蒙脱石特征峰高的比值。在供试品的X射线粉末衍射图谱中，方英石衍射峰的峰高比不得过50%，其他杂质衍射峰的峰高比不得过70%。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过10.0%（附录Ⅷ L）。

粒度 照粒度和粒度分布测定法（附录Ⅸ E第三法）（推荐仪器：Malvern Mastersizer 2000或性能相当的激光粒度分析仪），取本品约0.12g，使检测器遮光率在8%～20%范围，加水800ml，以每分钟3000转的转速搅拌15分钟或以每分钟3000转的转速搅拌，并同时超声2～3分钟（超声功率16W，振幅3μm），依法检查，取连续测量3次的平均值，应符合下表规定。

$d(0.5)$	$d(0.9)$	体积平均粒径$D[4,3]$
6～23μm	16～50μm	8～27μm

膨胀度 取本品约5.0g，置100ml具塞量筒中，加水90ml，强力振摇，混匀，放置10分钟，其间振摇数次，用水稀释至100ml，再颠倒摇动20次，放置30分钟，再颠倒摇动20次，放置24小时，照膨胀度测定法（一部附录Ⅸ O）计算，膨胀度应为2.0～5.0。

吸附力 取本品约0.20g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入磷酸盐缓冲液（pH 6.8）10ml，摇匀，再精密加入硫酸士的宁溶液（取硫酸士的宁约2g，精密称定，置100ml量瓶中，加水适量，水浴加热使溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，即得）10ml，置37℃水浴中，振摇1小时，滤过，精密量取续滤液10ml，置250ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液（pH 6.8）稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液（pH 6.8）稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在254nm的波长处测定吸光度；另取上述硫酸士的宁溶液适量，用磷酸盐缓冲液（pH 6.8）稀释制成每1ml中含20μg的溶液，同法测定吸光度，按下式计算吸附力。

$$吸附力(g/g)=\frac{(2A_1-A_2)\times M_1\times D_2}{M_2\times A_1\times D_1}$$

式中　A_1为硫酸士的宁对照溶液吸光度；

A_2为供试品溶液吸光度；

M_1为硫酸士的宁重量，g；

M_2为供试品重量，g；

D_1为硫酸士的宁对照溶液稀释倍数；

D_2为供试品溶液稀释倍数。

每1g蒙脱石应吸附硫酸士的宁[$(C_{21}H_{22}N_2O_2)_2\cdot H_2SO_4\cdot 5H_2O$]0.35～0.55g。

重金属 取本品4.0g，加醋酸盐缓冲液（pH 3.5）4ml与水46ml，煮沸，放冷，加水使成50ml，滤过，取滤液25ml，依法检查（附录Ⅷ H第一法），含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品1.0g，加盐酸5ml与水23ml，依法检查（附录Ⅷ J第一法），应符合规定（0.0002%）。

微生物限度 取本品，照微生物限度检查法（附录Ⅺ J）

试验，应符合规定。

【含量测定】 **三氧化二铝**　取本品约1.0g，精密称定，置瓷皿中，分别加硫酸6ml与硝酸10ml，待作用完全(约放置1小时)，置砂浴上蒸干，放冷，加稀硫酸30ml，煮沸，溶液用倾泻法以热水全部转移至无灰滤纸上，残渣用热水洗涤3次，残渣待做二氧化硅含量测定用；滤液合并，置100ml量瓶中，放冷，用水稀释至刻度，摇匀；精密量取20ml，加氨试液中和至恰析出沉淀，再滴加稀硫酸至沉淀恰溶解，加醋酸-醋酸铵缓冲液(pH 6.0)10ml，再精密加乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)25ml，煮沸3～5分钟，放冷，加二甲酚橙指示液1ml，用锌滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液自黄色转变为红色，并将滴定结果用空白试验校正。每1ml乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于2.549mg的Al_2O_3。

二氧化硅　取上述残渣连同滤纸置铂坩埚中，先低温烘干后，再在800℃下炽灼2小时，放冷，精密称定。再将残渣用水润湿，加氢氟酸7ml(勿使用玻璃量器，并小心操作)与硫酸7滴，蒸干，800℃炽灼20分钟，放冷，精密称定，减失的重量，即为供试品中含有SiO_2重量。

【类别】　消化道黏膜保护剂和止泻剂。

【贮藏】　密封保存。

【制剂】　(1)蒙脱石分散片　(2)蒙脱石散

蒙脱石分散片

Mengtuoshi Fensanpian

Montmorillonite Dispersible Tablets

本品含蒙脱石应为标示量的82.0%～95.0%，含二氧化硅(SiO_2)不得少于蒙脱石标示量的50.0%，含三氧化二铝(Al_2O_3)不得少于蒙脱石标示量的10.0%。

【性状】　本品为灰白色或类白色片，味香甜。

【鉴别】　取本品适量研细，进行以下试验。

(1)取本品细粉和氟化钙各0.5g，置同一铂坩埚内，加硫酸1ml润湿，用已加水1滴的表面皿盖住坩埚，如必要可缓缓加热，在水滴表面有白色胶体生成。

(2)取本品细粉适量，置于载样架上，将载样架放入干燥器(含饱和氯化钠溶液，20℃时相对湿度约75%)中约12小时后取出，将载样架上的样品压平，照X射线粉末衍射法(附录Ⅸ F)测定，以CuK_α为光源，光管电压和光管电流分别为40kV和40mA，发射狭缝、散射狭缝和接受狭缝分别设置为1°、1°和0.15mm(或相当参数要求)，在衍射角(2θ)2°～80°的范围内扫描，记录衍射图谱。供试品的X射线粉末衍射图谱应与对照品图谱中的蒙脱石特征峰[衍射角(2θ)分别约为5.8°、19.8°和61.9°]一致。

(3)取本品细粉1.0g，置瓷蒸发皿中，加水10ml与硫酸5ml，加热至产生白烟，冷却，缓慢加水20ml，煮沸2～3分钟，滤过，滤液显铝盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **粒度**　取本品适量，研细，精密称取适量(约相当于蒙脱石10g)，加水500ml，振摇分散后强烈搅拌15分钟(转速不低于每分钟5000转)；将搅拌后的内容物倾入已用水润湿的药筛(孔径45μm，预先在105℃干燥至恒重)，并用水冲洗药筛至洗液澄清，将药筛上残留物用洗瓶转移至已恒重的坩埚中，在500～600℃炽灼2小时，残留物重量不得过1%。

吸附力　取本品10片，研细，精密称取适量(约相当于蒙脱石0.20g)，置具塞锥形瓶中，精密加入磷酸盐缓冲液(pH 6.8)10ml，振摇1小时，精密加入硫酸士的宁溶液(取硫酸士的宁约2g，精密称定，置100ml量瓶中，加水适量，水浴加热使溶解，放冷，用水稀释至刻度，摇匀，即得)10ml，置37℃水浴中，振摇1小时，滤过，精密量取续滤液10ml，置250ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在254nm的波长处测定吸光度；另取上述硫酸士的宁溶液适量，用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释制成每1ml中含20μg的溶液，同法测定吸光度，按下式计算吸附力。

$$吸附力(g/g)=\frac{(2A_1-A_2)\times M_1\times D_2\times M_3}{M_2\times A_1\times D_1\times G}$$

式中　A_1为硫酸士的宁对照溶液吸光度；

A_2为供试品溶液吸光度；

M_1为硫酸士的宁重量，g；

M_2为供试品重量，g；

M_3为平均片重，g；

D_1为硫酸士的宁对照溶液稀释倍数；

D_2为供试品溶液稀释倍数；

G为标示量，g。

每1g蒙脱石应吸附硫酸士的宁$[(C_{21}H_{22}N_2O_2)_2\cdot H_2SO_4\cdot 5H_2O]$0.35～0.55g。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 **蒙脱石**　取本品10片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于蒙脱石0.2g)置已恒重的铂坩埚中，于800℃炽灼至恒重，计算即得。

二氧化硅　取蒙脱石项下细粉适量(约相当于蒙脱石0.5g)，精密称定，置铂坩埚中，加碳酸钠0.5g和碳酸钾0.5g，搅匀，缓慢升温，800℃炽灼3小时，冷却，分次加入稀盐酸共50ml，搅拌使残渣完全溶解并转移至250ml烧杯中，坩埚用少量水分次洗涤，洗液并入烧杯中，加热蒸去约1/2体积的溶液后，放冷，加入盐酸20ml和2%明胶溶液1ml，置60～70℃水浴保温10分钟，时时搅拌，趁热过滤，并用热水洗涤容器，合并滤液和洗液待做三氧化二铝含量测定用；然后将滤纸和残渣移入已炽灼至恒重的坩埚中，800℃炽灼至恒重计算，即得。

三氧化二铝　取上述滤液和洗液，置250ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；精密量取50ml，加氨试液中和至恰析出白色沉淀，再滴加稀盐酸至白色沉淀恰溶解，滤过，取滤液加醋

酸-醋酸铵缓冲液(pH 6.0)10ml,再加乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)约25ml,煮沸5分钟,放冷,加二甲酚橙指示液1ml,用锌滴定液(0.05mol/L)调至溶液恰变为红色,然后加氟化钠0.4g,煮沸2分钟,放冷后,用锌滴定液(0.05 mol/L)滴定至溶液由黄色变为红色,每1ml锌滴定液(0.05mol/L)相当于2.549mg的Al_2O_3。

【类别】 同蒙脱石。

【规格】 1.0g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

蒙脱石散

Mengtuoshi San

Montmorillonite Powder

本品含蒙脱石应为标示量的95.0%~105.0%;含二氧化硅(SiO_2)应为蒙脱石标示量的55.0%~65.0%,含三氧化二铝(Al_2O_3)应为蒙脱石标示量的12.0%~25.0%。

【性状】 本品为灰白色或微黄色细粉,味香甜。

【鉴别】 (1)取本品与氟化钙各0.5g,置同一坩埚中,加硫酸1ml湿润,用已加水1滴的表面皿盖住坩埚,如必要可缓缓加热,在水滴表面有白色胶状体生成。

(2)取本品约4g,加水50ml,搅拌,滤过,滤渣于105℃干燥,取细粉适量,置于载样架上,将载样架放入干燥器(含饱和氯化钠溶液,20℃时相对湿度约75%)中约12小时后取出,将载样架上的样品压平,照X射线粉末衍射法(附录Ⅸ F)测定,以CuK_α为光源,光管电压和光管电流分别为40kV和40mA,发射狭缝、散射狭缝和接受狭缝分别设置为1°、1°和0.15 mm(或相当参数要求),在衍射角(2θ)2°~80°的范围内扫描,记录衍射图谱。供试品的X射线粉末衍射图谱应与对照品图谱中的蒙脱石特征峰[衍射角(2θ)分别约为5.8°、19.8°和61.9°]一致。

(3)本品含量测定三氧化二铝项下的溶液显铝盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸碱度** 取本品适量(约相当于蒙脱石0.2g),加水20ml,置水浴上加热2~3分钟后,放冷,滤过,取滤液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.0~9.0。

粒度 取本品10g,加水500ml,强烈搅拌15分钟(转速不低于每分钟5000转),将搅拌后的内容物倾入已用水湿润的药筛(孔径45μm,预先在105℃干燥至恒重),并用水冲洗药筛至无混悬液斑后,将药筛在105℃干燥3小时,称重。未过筛颗粒的重量不得过1%。

方英石及其他杂质 取鉴别(2)项下的供试品,照鉴别(2)项下的X射线粉末衍射条件,在衍射角(2θ)15°~35°的范围内以每分钟1°的速度扫描,记录衍射图谱,以图谱的基线为底线,分别量取蒙脱石特征峰(2θ约为19.8°)、方英石衍射峰(2θ约为22.0°)和其他杂质衍射峰的峰顶至底线的高度,计算各峰高相对于蒙脱石特征峰高的比值。在供试品的X射线粉末衍射图谱中,方英石衍射峰的峰高比不得过50%,其他杂质衍射峰的峰高比不得过70%。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过10.0%(附录Ⅷ L)。

吸附力 精密称取本品适量(约相当于蒙脱石0.20g),置具塞锥形瓶中,精密加入磷酸盐缓冲液(pH 6.8)10ml,摇匀,再精密加入硫酸士的宁溶液(取硫酸士的宁约2g,精密称定,置100ml量瓶中,加水适量,水浴加热使溶解,放冷,用水稀释至刻度,摇匀即得)10ml,置37℃水浴中,振摇1小时,滤过,精密量取续滤液10ml,置250ml量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在254nm的波长处测定吸光度;另取上述硫酸士的宁溶液适量,用磷酸盐缓冲液(pH 6.8)稀释制成每1ml中含20μg的溶液,同法测定吸光度,按下式计算吸附力。

$$吸附力(g/g)=\frac{(2A_1-A_2)\times M_1\times D_2\times M_3}{M_2\times A_1\times D_1\times G}$$

式中 A_1为硫酸士的宁对照溶液吸光度;

A_2为供试品溶液吸光度;

M_1为硫酸士的宁重量,g;

M_2为供试品重量,g;

M_3为平均装量,g;

D_1为硫酸士的宁对照溶液稀释倍数;

D_2为供试品溶液稀释倍数;

G为标示量,g。

每1g蒙脱石应吸附硫酸士的宁[$(C_{21}H_{22}N_2O_2)_2\cdot H_2SO_4\cdot 5H_2O$]0.35~0.55g。

其他 应符合散剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ P)。

【含量测定】 **蒙脱石** 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于蒙脱石0.4g),置预先经105℃干燥至恒重的离心管中,加50%乙醇30ml,搅拌均匀后,离心(每分钟3000转)约15分钟,弃去上清液,再加50%乙醇30ml,搅拌,离心,弃去上清液,取沉淀在105℃干燥至恒重,即得供试品中所含蒙脱石的重量,计算,即得。

三氧化二铝 取本品适量(约相当于蒙脱石1.0g),精密称定,置瓷皿中,分别加硫酸6ml与硝酸10ml,待作用完全(约放置1小时),置砂浴上蒸干,放冷,加稀硫酸30ml,煮沸,溶液用倾泻法以热水全部转移至无灰滤纸上,残渣用热水洗涤3次,残渣待做二氧化硅含量测定用;滤液合并,置100ml量瓶中,放冷,用水稀释至刻度,摇匀;精密量取20ml,加氨试液中和至恰析出沉淀,再滴加稀硫酸至沉淀恰溶解,加醋酸-醋酸铵缓冲液(pH 6.0)10ml,再精密加乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)25ml,煮沸3~5分钟,放冷,加二甲酚橙指示液1ml,用锌滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液自黄色转变为红色,并将滴定结果用空白试验校正。每1ml乙二胺四醋酸

二钠滴定液(0.05mol/L)相当于 2.549mg 的 Al_2O_3。

二氧化硅 取上述残渣连同滤纸置铂坩埚中,先低温烘干后,再在 800℃下炽灼 2 小时,放冷,精密称定。再将残渣用水润湿,加氢氟酸 7ml(勿使用玻璃量器,并小心操作)与硫酸 7 滴,蒸干,800℃炽灼 20 分钟,放冷,精密称定,减失的重量,即为供试品中含有 SiO_2 重量。

【类别】 同蒙脱石。

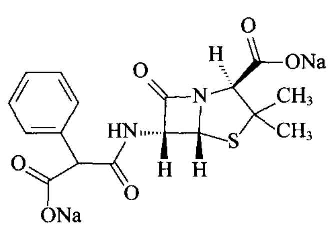
【规格】 每袋含蒙脱石 3g

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

羧苄西林钠

Suobianxilinna

Carbenicillin Sodium



$C_{17}H_{16}N_2Na_2O_6S$ 422.36

本品为(2*S*,5*R*,6*R*)-6[[(*RS*)-2-羧基-苯乙酰基]氨基]-3,3-二甲基-7-氧代-4-硫杂-1-氮杂双环[3.2.0]庚烷-2-甲酸二钠盐。按无水物计算,含羧苄西林($C_{17}H_{18}N_2O_6S$)不得少于 82.4%。

【性状】 本品为白色或类白色粉末,极具引湿性。

本品在水中易溶,在甲醇或冰醋酸中溶解,在乙醚中不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为 +182°至+196°。

【鉴别】 (1)取本品约 20mg,加水 5ml 溶解后,加碱性酒石酸铜试液 0.5ml,即显紫色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 529 图)一致。

(3)本品显钠盐鉴别(1)的反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸碱度** 取本品,加水制成每 1ml 中含 20mg 的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH 值应为 6.0~7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5 份,各 0.6g,分别加水 10ml 使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与 1 号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色 3 号标准比色液(附录Ⅸ A 第一法)比较,均不得更深。

有关物质 取本品适量,精密称定,加溶剂(取磷酸二氢钠 7.8g,加水溶解并稀释至 900ml,用 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 6.4,用水稀释成 1000ml)溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含羧苄西林 3mg 的溶液作为供试品溶液;另取青霉素对照品适量,精密称定,加上述溶剂溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 28μg 的溶液作为对照品溶液;精密量取对照品溶液 1ml,用上述溶剂定量稀释制成每 1ml 中约含 2.8μg 的溶液,作为灵敏度溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(用 1mol/L 磷酸溶液或 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 4.3)-乙腈(92:8)为流动相 A;以 0.1mol/L 磷酸二氢钠溶液(用 1mol/L 磷酸溶液或 1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 4.3)-乙腈(60:40)为流动相 B;检测波长为 230nm;流速为每分钟 1.0ml。先以流动相 A 等度洗脱,待羧苄西林峰洗脱完毕后立即按下表进行线性梯度洗脱,羧苄西林峰的保留时间约为 20 分钟,与相邻杂质峰的分离度应符合要求。取灵敏度溶液 20μl 注入液相色谱仪,主成分峰高的信噪比应大于 5;精密量取供试品溶液和对照品溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,青霉素不得过 5.0%,其他单个杂质不得过 3.0%,其他各杂质之和不得过 6.0%,供试品溶液色谱图中任何小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	100	0
30	0	100
45	0	100
60	100	0
70	100	0

羧苄西林聚合物 照分子排阻色谱法(附录Ⅴ H)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用葡聚糖凝胶 G-10(40~120μm)为填充剂,玻璃柱内径 1.0~1.6cm,柱高度 30~40cm。以 pH 8.0 磷酸盐缓冲液[0.05mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.05mol/L 磷酸二氢钠溶液(95:5)]为流动相 A,以水为流动相 B,流速约为每分钟 1.5ml,检测波长为 254nm。取 0.1mg/ml 蓝色葡聚糖 2000 溶液 100~200μl,注入液相色谱仪,分别以流动相 A、B 进行测定,记录色谱图。理论板数按蓝色葡聚糖 2000 峰计算均不低于 400,拖尾因子均应小于 2.0。在两种流动相系统中蓝色葡聚糖 2000 峰的保留时间比值应在 0.93~1.07 之间,对照溶液主峰与供试品溶液中聚合物峰与相应色谱系统中蓝色葡聚糖 2000 峰的保留时间的比值均应在 0.93~1.07 之间。称取本品约 0.2g,置 10ml 量瓶中,加水 4ml 使溶解后,加 0.2mg/ml 的蓝色葡聚糖 2000 溶液 5ml,用水稀释至刻度,摇匀。取 100~200μl 注入液相色谱仪,用流动相 A 进行测定,记录色谱图。高聚体的峰高与单体与高聚体之间的谷高比应大于 2.0。另以流动相 B 为流动相,精密量取对照溶液 100~200μl,连续进样 5 次,峰面积的相对标准偏差应不大于 5.0%。

对照溶液的制备 取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含羧苄西林 30μg 的溶液。

测定法　取本品适量(约相当于羧苄西林0.2g),精密称定,置10ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。立即精密量取100～200μl注入液相色谱仪,以流动相A为流动相进行测定,记录色谱图。另精密量取对照溶液100～200μl注入液相色谱仪,以流动相B为流动相进行测定,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,含羧苄西林聚合物以羧苄西林计不得过1.2%。

残留溶剂　乙酸乙酯与丙酮　取本品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含40mg的溶液,作为供试品溶液。另取乙酸乙酯和丙酮适量,精密称定,用水定量稀释制成每1ml中分别约含50μg的溶液,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P)测定,以6%氰丙基苯基-94%二甲基硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱;柱温为45℃;进样口温度为150℃;检测器温度为250℃;取对照品溶液1μl注入气相色谱仪,记录色谱图。各主峰之间的分离度均应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算,均应符合规定。

水分　取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过5.0%。

可见异物　取本品5份,每份各2.0g,分别加微粒检查用水制成每1ml中含0.1g的溶液,依法检查(附录Ⅸ H),应符合规定。

不溶性微粒　取本品3份,分别加微粒检查用水制成每1ml中含50mg的溶液,依法检查(附录Ⅸ C),每1g样品中,含10μm及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒。

热原　取本品,加灭菌注射用水制成每1ml中含羧苄西林100mg的溶液,依法检查(附录Ⅺ D),剂量按家兔体重每1kg注射1ml,应符合规定。

无菌　取本品,加0.9%无菌氯化钠溶液溶解并稀释制成每1ml中含羧苄西林40mg的供试液,经薄膜过滤法处理,用0.1%蛋白胨缓冲液分次冲洗(每膜不少于500ml),以大肠埃希菌为阳性对照菌,每管培养基中加入不少于200万单位的青霉素酶1ml,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

【含量测定】　取本品0.5g,精密称定,加新沸过并用0.01mol/L氢氧化钠溶液中和至对酚酞指示液刚显红色的水20ml使溶解,再用0.01mol/L氢氧化钠溶液中和后,精密加入氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)25ml,摇匀,置沸水浴中加热20分钟,注意避免吸收空气中的二氧化碳,放冷,加酚酞指示液1～2滴,用盐酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于42.24mg的羧苄西林钠($C_{17}H_{16}N_2Na_2O_6S$)($C_{17}H_{16}N_2Na_2O_6S$∶$C_{17}H_{18}N_2O_6S$=1∶0.8959)。

【类别】　β-内酰胺类抗生素,青霉素类。

【贮藏】　严封,遮光,冷处(2～10℃)保存。

【制剂】　注射用羧苄西林钠

注射用羧苄西林钠

Zhusheyong Suobianxilinna

Carbenicillin Sodium for Injection

本品为羧苄西林钠的无菌粉末。按无水物计算,含羧苄西林($C_{17}H_{18}N_2O_6S$)不得少于82.4%;按平均装量计算,含羧苄西林($C_{17}H_{18}N_2O_6S$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为白色或类白色粉末。

【鉴别】　取本品,照羧苄西林钠项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的结果。

【检查】　**溶液的澄清度与颜色**　取本品5瓶,分别按标示量加水制成每1ml中含50mg的溶液,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色或黄绿色4号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

有关物质　取装量差异项下的内容物,精密称取适量,照羧苄西林钠项下的方法测定。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,按外标法以峰面积计算,青霉素不得过7.0%,其他单个杂质不得过5.0%,其他各杂质之和不得过8.0%。

羧苄西林聚合物　取装量差异项下的内容物,精密称取适量,照羧苄西林钠项下的方法测定,含羧苄西林聚合物不得过1.5%。

不溶性微粒　取本品3瓶,分别按标示量加微粒检查用水制成每1ml中含50mg的溶液,依法检查(附录Ⅸ C),标示量为1.0g以下的,折算为每1.0g样品中含10μm及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒。标示量为1.0g以上(包括1.0g)的,每个供试品容器中含10μm及10μm以上的微粒不得过6000粒,含25μm及25μm以上的微粒不得过600粒。

酸碱度、水分、热原与无菌　照羧苄西林钠项下的方法检查,均应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】　取装量差异项下的内容物,精密称取适量,照羧苄西林钠项下的方法测定。每1ml氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于42.24mg的羧苄西林钠($C_{17}H_{16}N_2Na_2O_6S$)($C_{17}H_{16}N_2Na_2O_6S$∶$C_{17}H_{18}N_2O_6S$=1∶0.8959)。

【类别】　同羧苄西林钠。

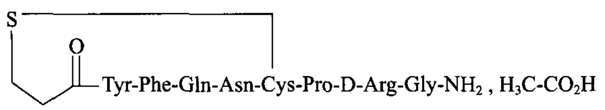
【规格】　按$C_{17}H_{18}N_2O_6S$计　(1)0.5g　(2)1.0g　(3)2.0g

【贮藏】　严封,遮光,冷处(2～10℃)保存。

醋酸去氨加压素

Cusuan Qu'anjiayasu

Desmopressin Acetate



$C_{46}H_{64}N_{14}O_{12}S_2 \cdot xC_2H_4O_2$　1069.20·x60.02

本品系合成的环状九肽，为巯基丙酰-L-酪氨酰-L-苯丙氨酰-L-谷氨酰氨酰-L-天冬酰氨酰-L-半胱氨酰-L-脯氨酰-D-精氨酰-L-甘氨酰胺醋酸盐(1→6-二硫环)。按无水、无醋酸物计算，含去氨加压素($C_{46}H_{64}N_{14}O_{12}S_2$)应为95.0%～105.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松粉末。

本品在水、乙醇和冰醋酸溶液(1→100)中溶解。

比旋度 取本品，精密称定，用冰醋酸溶液(1→100)定量稀释制成每1ml中约含2mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ E)，按无水与无醋酸物计算，比旋度应为－72.0°至－82.0°。

【鉴别】 (1)取本品约1mg，加水1ml溶解，加双缩脲试剂(取硫酸铜0.15g，加酒石酸钾钠0.6g，加水50ml，搅拌下加入10%氢氧化钠溶液30ml，加水至100ml)1ml，即显蓝紫色。

(2)取本品约1mg，加水1ml溶解，加三氯化铁试液数滴，加热煮沸，溶液呈深红色，趁热加入稀盐酸数滴，红色即消失。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 **氨基酸比值** 取本品10mg，置硬质安瓿瓶中，加6mol/L盐酸溶液3ml，充氮后封口，置110℃水解20小时，冷却，启封，蒸发近干，加水适量使溶解，作为供试品溶液；另取酪氨酸、苯丙氨酸、谷氨酸、天冬氨酸、胱氨酸、脯氨酸、精氨酸及甘氨酸对照品，制成与供试品中各氨基酸相当的浓度，作为对照品溶液。照适宜的氨基酸分析方法测定。以苯丙氨酸、谷氨酸、天冬氨酸、脯氨酸、精氨酸及甘氨酸的总摩尔数的六分之一作为1，计算各氨基酸的相对比值，天冬氨酸、谷氨酸、脯氨酸、甘氨酸、精氨酸、苯丙氨酸均应为0.95～1.05，酪氨酸应为0.70～1.05，半胱氨酸应为0.30～1.05。

酸度 取本品，加水溶解并稀释制成每1ml中含2.5mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为5.0～7.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品，加水溶解并稀释制成每1ml中含2.5mg的溶液，溶液应澄清无色。

醋酸 取本品适量，精密称定，加稀释液[流动相A-甲醇(95:5)]溶解并定量稀释制成每1ml中含2mg的溶液，作为供试品溶液。另取醋酸钠对照品适量，照合成多肽中的醋酸测定法(附录Ⅶ N)测定，含醋酸应为3.0%～8.0%。

有关物质 取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；流动相A为磷酸盐溶液(取0.067mol/L磷酸氢二钠与0.067mol/L磷酸二氢钾等体积混合，调节pH值至7.0)，流动相B为乙腈，按下表进行梯度洗脱；检测波长为220nm。取含量测定项下系统适用性溶液50μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，杂质A相对保留时间约为0.9，缩宫素相对保留时间约为1.1，杂质A峰、去氨加压素峰和缩宫素峰之间的分离度均应符合要求。取对照溶液50μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的15%～25%，再精密量取供试品溶液和对照溶液各50μl分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液的色谱图中如有杂质A，其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，其他单个杂质的峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的1.5倍(1.5%)，供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.05倍的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	88	12
4	88	12
18	79	21
35	74	26
40	88	12
50	88	12

残留溶剂 乙醚与乙腈　取本品约0.1g，精密称定，置顶空瓶中，精密加水1ml使溶解，密封，作为供试品溶液；精密称取乙醚和乙腈各适量，加50%二甲基亚砜5ml溶解后，用水定量稀释制成每1ml中约含乙醚0.5mg和乙腈0.041mg的混合溶液，精密量取1ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第一法)测定，以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液的毛细管柱为色谱柱；柱温为60℃；进样口温度为200℃；检测器温度为250℃；顶空瓶平衡温度为85℃；平衡时间为40分钟。取对照品溶液顶空进样，乙醚峰与乙腈峰之间的分离度应符合要求。取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。

水分 取本品，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法B)测定，含水分不得过6.0%。

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg中含内毒素的量应小于500EU。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐溶液（取 0.067mol/L 磷酸氢二钠与 0.067mol/L 磷酸二氢钾等体积混合，调节 pH 值至 7.0）-乙腈（80∶20）为流动相；检测波长为 220nm。取去氨加压素、杂质 A 与缩宫素对照品适量，加水溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 20μg 的混合溶液，作为系统适用性溶液。杂质 A 峰、去氨加压素峰和缩宫素峰之间的分离度均应符合要求；理论板数按去氨加压素峰计算不低于 2000。

测定法　取本品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，精密量取 50μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取醋酸去氨加压素对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　多肽类药物。

【贮藏】　遮光，密封，在 2～8℃处保存。

【制剂】　醋酸去氨加压素注射液

附：

杂质 A：

Mpr-Tyr-Phe-Glu-Asn-Cys-Pro-D-Arg-Gly-NH_2，H_3C-CO_2H

$C_{46}H_{63}N_{13}O_{13}S_2 \cdot xC_2H_4O_2$　　1070

巯基丙酰-L-酪氨酰-L-苯丙氨酰-L-谷氨酰-L-天冬酰氨酰-L-半胱氨酰-L-脯氨酰-D-精氨酰-L-甘氨酰胺醋酸盐（1→6-二硫环）

醋酸去氨加压素注射液

Cusuan Qu'anjiayasu Zhusheye

Desmopressin Acetate Injection

本品为醋酸去氨加压素与氯化钠制成的灭菌水溶液。含去氨加压素（$C_{46}H_{64}N_{14}O_{12}S_2$）应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】　本品为无色的澄明液体。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**酸度**　取本品，依法测定（附录Ⅵ H），pH 值应为 3.5～5.0。

有关物质　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；流动相 A 为磷酸盐溶液（取 0.067mol/L 磷酸氢二钠与 0.067mol/L 磷酸二氢钾等体积混合，调节 pH 值至 7.0），流动相 B 为乙腈，按下表进行梯度洗脱；检测波长为 220nm。取含量测定项下系统适用性溶液 50μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，杂质 A 相对保留时间为 0.9，缩宫素相对保留时间为 1.1，杂质 A 峰、去氨加压素峰和缩宫素峰之间的分离度均应符合要求。取本品作为供试品溶液，精密量取 100μl，注入液相色谱仪。供试品溶液色谱图中如有杂质 A，其峰面积不得大于总峰面积的 1.0%，其他单个杂质的峰面积不得大于总峰面积的 1.0%，各杂质峰面积的和不得大于总峰面积的 2.0%。供试品溶液色谱图中任何小于总峰面积 0.05%的峰忽略不计。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	88	12
4	88	12
18	79	21
35	74	26
40	88	12
50	88	12

氯化钠　精密量取本品 1ml，加水 40ml，照电位滴定法（附录Ⅶ A），用硝酸银滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每 1ml 硝酸银滴定液（0.1mol/L）相当于 5.844mg 的氯化钠。每 1ml 中含氯化钠应为 8.1～9.9mg。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每 1μg 去氨加压素中含内毒素的量应小于 0.5EU。

无菌　取本品，经薄膜过滤法处理，用 0.1%无菌蛋白胨水溶液分次冲洗（每膜不少于 100ml），以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】　取装量项下溶液，作为供试品溶液，精密量取 100μl，注入液相色谱仪，照醋酸去氨加压素含量测定项下的方法测定，即得。

【类别】　同醋酸去氨加压素。

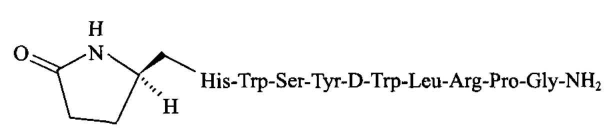
【规格】　按 $C_{46}H_{64}N_{14}O_{12}S_2$ 计　（1）1ml∶4μg　（2）1ml∶15μg

【贮藏】　遮光，密封，在 2～8℃处保存。

醋酸曲普瑞林

Cusuan Qupuruilin

Triptorelin Acetate



$C_{64}H_{82}N_{18}O_{13} \cdot xC_2H_4O_2$（$x$=1.5～2.5）　1311.46 ·$x$60.02

本品为 5-氧代脯氨酰-L-组氨酰-L-色氨酰-L-丝氨酰-L-酪氨酰-D-色氨酰-L-亮氨酰-L-精氨酰-L-脯氨酰-L-甘氨酰胺醋酸盐。按无水、无醋酸物计算，含 $C_{64}H_{82}N_{18}O_{13}$ 应为 97.0%～103.0%。

【性状】 本品为白色粉末或疏松块状物。

本品在水中易溶，在甲醇、乙醇中微溶，在乙醚中几乎不溶。

比旋度 取本品适量，精密称定，加1%醋酸溶液溶解并定量稀释制成每1ml中约含10mg的溶液，依法测定(附录Ⅵ E)，按无水、无醋酸物计算，比旋度为−66.0°至−72.0°。

【鉴别】 (1)取本品约1mg，加水1ml使溶解，加双缩脲试液(取硫酸铜0.15g，加酒石酸钾钠0.6g，加水50ml，搅拌下加入10%氢氧化钠溶液30ml，加水至100ml即得)1ml，即显蓝紫色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 **酸度** 取本品10mg，加水10ml溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为5.0～6.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品10mg，加水10ml溶解，溶液应澄清无色。

氨基酸组成 取本品5mg，置硬质安瓿瓶中，加6mol/L盐酸溶液5ml，充氮后封口，于110℃下反应24小时，冷却，启封，水浴蒸发至近干，加水溶解至适当浓度，作为供试品溶液；另取甘氨酸、组氨酸、精氨酸、酪氨酸、亮氨酸、脯氨酸、谷氨酸及丝氨酸各对照品，制成与供试品中各氨基酸浓度相当的溶液，作为对照品溶液。照适宜的氨基酸分析方法测定。以各氨基酸总摩尔数的八分之一作为1，计算各氨基酸的相对比值，甘氨酸、组氨酸、精氨酸、酪氨酸、亮氨酸、脯氨酸、谷氨酸均应为0.9～1.1，丝氨酸应为0.85～1.1。

醋酸 取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液，作为供试品溶液。另取醋酸钠适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每1ml中含醋酸80μg的溶液，作为对照品溶液。照合成多肽中的醋酸测定法(附录Ⅶ N)测定，或照离子色谱法(附录Ⅴ J)试验，用合适的阴离子交换柱，以含1mmol/L碳酸氢钠和3.2mmol/L碳酸钠的混合液为淋洗液，流速为每分钟1ml，以电导检测器进行测定。精密量取上述两种溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，含醋酸不得过8.0%。

残留溶剂 乙腈 取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每1ml中含曲普瑞林100mg的溶液，精密量取1ml，置顶空瓶中，密封，作为供试品溶液；另取乙腈适量，精密称定，用水定量稀释制成每1ml中含41μg的溶液，精密量取1ml，置顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第一法)试验。以聚乙二醇20M(或极性相近)为固定液；柱温为60℃；进样口温度为200℃；检测温度为250℃；顶空瓶平衡温度为85℃，平衡时间40分钟，取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，应符合规定。

有关物质 取本品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的10%～20%，再精密量取供试品溶液20μl注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分色谱峰保留时间的2.5倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。

水分 取本品适量，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法B)测定，含水分不得过7.0%。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.05mol/L磷酸溶液(用三乙胺调节pH值至3.0)-乙腈(73∶27)为流动相，流速为每分钟1.0ml，检测波长为210nm。取杂质A对照品与醋酸曲普瑞林对照品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中分别含0.1mg的混合溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，理论板数按曲普瑞林峰计算不低于3000。杂质A峰与醋酸曲普瑞林峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品适量，精密称定，加水溶解并稀释制成每1ml中含0.1mg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图。另取醋酸曲普瑞林对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 促性腺素释放素(GnRH)类药。

【贮藏】 遮光，2～8℃保存。

【制剂】 醋酸曲普瑞林注射液

附：

杂质A：Pyr-His-Trp-Ser-Tyr-D-Trp-Leu-Arg-Pro-Gly-OH

中文名：曲普瑞林游离酸

醋酸曲普瑞林注射液

Cusuan Qupuruilin Zhusheye

Triptorelin Acetate Injection

本品为醋酸曲普瑞林的除菌水溶液。含曲普瑞林($C_{64}H_{82}N_{18}O_{13}$)应为标示量的95.0%～105.0%。本品用氯化钠调节等渗。

【性状】 本品为无色澄明液体。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品显钠盐、氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH值** 应为4.0～5.0(附录Ⅵ H)。

有关物质 取本品,作为供试品溶液;精密量取1ml置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,作为对照溶液。照醋酸曲普瑞林有关物质项下的方法检查。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(2.0%)。

渗透压摩尔浓度 应为260～320mOsmol/kg(附录Ⅸ G)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg曲普瑞林中含内毒素的量应小于40EU。

无菌 取本品,经薄膜过滤法处理,用0.1%无菌蛋白胨水溶液分次冲洗(每膜不少于100ml),以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌,依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取本品,照醋酸曲普瑞林含量测定项下的方法测定,即得。

【类别】 同醋酸曲普瑞林。

【规格】 1ml:0.1mg(按$C_{64}H_{82}N_{18}O_{13}$计)

【贮藏】 遮光,2～8℃保存。

注射用磷酸川芎嗪

Zhusheyong Linsuan Chuanxiongqin

Ligustrazine Phosphate for Injection

本品为磷酸川芎嗪的无菌冻干品或经乙醇重结晶后直接分装的无菌粉末。含磷酸川芎嗪($C_8H_{12}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色或类白色疏松块状物,或白色结晶或结晶性粉末。

【鉴别】 (1)取本品内容物适量(约相当于磷酸川芎嗪10mg),加水5ml使溶解,加碘化铋钾试液2滴,即生成橙红色沉淀。

(2)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在295nm的波长处有最大吸收。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸度** 取本品,加水制成每1ml中含磷酸川芎嗪10mg的溶液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为2.0～3.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品,加水制成每1ml中含磷酸川芎嗪10mg的溶液,溶液应澄清无色;如显混浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,不得更浓;如显色,与黄色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

有关物质 取本品,加水溶解并稀释制成每1ml中含磷酸川芎嗪0.5mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置200ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,取对照溶液20μl,注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使磷酸川芎嗪峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

乙醇 取本品(经乙醇重结晶后直接分装的无菌粉末)1g,精密称定,置50ml量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密称取乙醇适量,用水制成每1ml中约含0.1mg的溶液,作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第三法),以二乙烯苯-乙基乙烯苯型高分子多孔小球为固定相;进样口温度为190℃,检测器温度为220℃,柱温为120℃;理论板数按乙醇峰计算不低于1000。精密量取供试品溶液和对照品溶液各1μl,分别注入气相色谱仪,记录色谱图。按外标法以峰面积计算,应符合规定 。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定,含水分不得过5.0%(无菌冻干品);含水分不得过8.0%(无菌粉末)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg磷酸川芎嗪中含内毒素的量应小于1.2EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水(45:55)为流动相;检测波长为295nm。分别称取磷酸川芎嗪2mg与邻苯二甲酸二甲酯12mg,置同一100ml量瓶中,加甲醇2ml使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,磷酸川芎嗪峰与邻苯二甲酸二甲酯峰的分离度应大于4.0,理论板数按磷酸川芎嗪峰计算不低于2000。

测定法 取本品5瓶,加水适量使内容物溶解,并定量转移至250ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水定量稀释制成每1ml中含磷酸川芎嗪15μg的溶液,作为供试品溶液。精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取磷酸川芎嗪对照品适量,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中含15μg的溶液,同法测定,按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同磷酸川芎嗪。

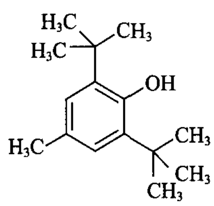
【规格】 按$C_8H_{12}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$计算 (1)50mg (2)100mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

二丁基羟基甲苯

Erdingjiqiangjijiaben

Butylated Hydroxytoluene



$C_{15}H_{24}O$ 220.35

[128-37-0]

本品为2,6-二特丁基(1,1-二甲基乙基)-4-甲基苯酚。含$C_{15}H_{24}O$应为95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色、白色或类白色结晶或结晶性粉末。

本品在乙醇中易溶,在水和丙二醇中不溶。

凝点 本品的凝点(附录Ⅵ D)为69～70℃。

吸收系数 取本品,精密称定,加乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含50μg的溶液,照分光光度法(附录Ⅳ A),在278nm的波长处测定吸光度,吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为80.0～90.0。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加乙醇2ml溶解后,加0.1%丙酸睾丸甾酮乙醇溶液1ml和8.5%氢氧化钠溶液2ml,在80℃水浴加热10分钟,放冷,即显蓝色。

(2)取本品约1mg,加甲醇10ml溶解后,加水10ml,再加0.3%亚硝酸钠溶液2ml和邻联茴香胺溶液(取200mg邻联茴香胺二盐酸化物,加甲醇40ml与1mol/L盐酸60ml的混合溶液使溶解,即得)5ml,在3分钟内即显橙红色;加三氯甲烷5ml,振摇,三氯甲烷层即显紫色或深红色,见光后即褪色。

(3)取吸收系数测定项下的溶液,照分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在278nm的波长处有最大吸收。

(4)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致。

【检查】 **甲醇溶液的澄清度与颜色** 取本品1.0g,加澄清的甲醇10ml溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与黄色3号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

硫酸盐 取本品10.0g,依法检查(附录Ⅷ B),与标准硫酸钾溶液2.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.002%)。

游离酚 取本品约10g,精密称定,加0.25%氢氧化钠溶液50ml,于65℃水浴中加热振荡5分钟,冷却,滤过,滤液置碘瓶,滤渣用水30ml分次洗涤,洗液并入碘瓶中,精密加溴滴定液(0.05mol/L)10ml,加盐酸5ml,立即密塞,充分振摇后,用10%碘化钾溶液5ml封口,15℃以下暗处放置15分钟后,微开瓶塞,将碘化钾溶液放入碘瓶中,立即密塞,充分振摇后,再用水封口,暗处放置5分钟后,用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定,近终点时,加指示液5ml,继续滴定至蓝色消失,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于10.81mg的C_7H_8O。含游离酚按对甲苯酚(C_7H_8O)计,不得过0.02%。

有关物质 取本品约0.2g,加甲醇制成每1ml中含20mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取1ml,置200ml量瓶中,加甲醇稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述两种溶液各10μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以二氯甲烷为展开剂,展开后,展开距离大于15cm,晾干,喷以5%铁氰化钾溶液-10%三氯化铁溶液-水(10∶20∶70)混合溶液(临用新配),立即检视。供试品溶液如显杂质斑点,其颜色与对照溶液所显的主斑点相比较,均不得更深。

炽灼残渣 取本品20.0g,依法检查(附录Ⅷ N),在800℃炽灼至恒重,遗留残渣不得过0.01%。

重金属 取本品2.5g,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之四。

砷盐 取本品2.0g,加盐酸5ml与水23ml,依法检查(附录Ⅷ J第一法),应符合规定(0.0001%)。

【含量测定】 照气相色谱法(附录Ⅴ E)测定。

色谱条件与系统适用性试验 以DB-624毛细管柱(6%腈丙基苯基-二甲基聚硅氧烷)为分析柱;柱温180℃。理论板数按二丁基羟基甲苯峰计算不低于5000,二丁基羟基甲苯峰与内标物质峰的分离度应符合要求。

校正因子的测定 取4-叔丁酚适量,加丙酮溶解并稀释成每1ml中含0.2mg的溶液,作为内标溶液。另取二丁基羟基甲苯对照品约10mg,精密称定,置50ml量瓶,加内标溶液溶解并稀释至刻度,取1μl注入气相色谱仪,计算校正因子。

测定法 取本品约10mg,精密称定,置50ml量瓶,加内标溶液溶解并稀释至刻度,取1μl注入气相色谱仪,测定,按内标法以峰面积计算,即得。

【类别】 药用辅料,抗氧剂。

【贮藏】 密封,在阴凉干燥处保存。

十　八　醇

Shibachun

Stearyl Alcohol

$C_{18}H_{38}O$ 270.48

[112-92-5]

本品为固体醇混合物。含十八醇($C_{18}H_{38}O$)不得少于90.0%。

【性状】 本品为白色粉末、颗粒、片状或块状物。

本品在乙醚中易溶,在乙醇中溶解,在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为57～60℃。

酸值 应不大于1.0(附录Ⅷ H)。

皂化值 取本品20.0g,依法操作(附录Ⅷ H),应不大于

2.0。

碘值　取本品2.0g，加三氯甲烷25ml，振摇使溶解，依法操作（附录Ⅶ H），应不大于2.0。

羟值　应为197～217（附录Ⅶ H）。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**乙醇溶液的澄清度与颜色**　取本品0.50g，加乙醇20ml加热使溶解，放冷，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，应不得更浓。

【含量测定】　照气相色谱法（附录Ⅴ E）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以100%-聚二甲基硅氧烷毛细管柱为分析柱，火焰离子化检测器；柱温205℃，进样口温度250℃，检测器温度250℃；理论板数按十八醇峰计算不低于10 000，十八醇峰与相邻色谱峰的分离度应符合规定。

测定法　取本品100mg，精密称定，置100ml量瓶中，加无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取1μl注入气相色谱仪，记录色谱图；另精密称取十八醇对照品适量，加无水乙醇溶解制成每1ml中含1.0mg的溶液，摇匀，同法操作，按外标法以峰面积计算十八醇的含量，即得。

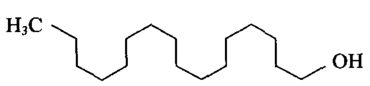
【类别】　药用辅料，释放阻滞剂和基质等。

【贮藏】　密闭，在阴凉干燥处保存。

十　六　醇

Shiliuchun

Cetyl Alcohol



$C_{16}H_{34}O$　242.44

[36653-82-4，124-29-8]

本品为固体醇混合物。含十六醇（$C_{16}H_{34}O$）不得少于90.0%。

【性状】　本品为白色粉末、颗粒、片状或块状物。

本品在乙醇和乙醚中易溶，在水中几乎不溶。

熔点　本品的熔点（附录Ⅵ C）为46～52℃。

酸值　应不大于1.0（附录Ⅶ H）。

皂化值　取本品20.0g，依法操作（附录Ⅶ H），应不大于2.0。

碘值　取本品2.0g，加三氯甲烷25ml，振摇使溶解，依法操作（附录Ⅶ H），应不大于2.0。

羟值　应为218～238（附录Ⅶ H）。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**乙醇溶液的澄清度与颜色**　取本品0.50g，加乙醇20ml加热使溶解，放冷，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，应不得更浓。

【含量测定】　照气相色谱法（附录Ⅴ E）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以100%-聚二甲基硅氧烷毛细管柱为分析柱，火焰离子化检测器；柱温205℃，进样口温度250℃，检测器温度250℃；理论板数按十六醇峰计算不低于10 000，十六醇峰与相邻色谱峰的分离度应符合规定。

测定法　取本品100mg，精密称定，置100ml量瓶中，加无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取1μl注入气相色谱仪，记录色谱图；另精密称取十六醇对照品适量，加无水乙醇溶解制成每1ml中含1.0mg的溶液，摇匀，同法操作，按外标法以峰面积计算十六醇的含量，即得。

【类别】　药用辅料，释放阻滞剂和基质等。

【贮藏】　密闭，在阴凉干燥处保存。

十　六　十　八　醇

Shiliushibachun

Cetostearyl Alcohol

本品为十六醇与十八醇的混合物。含十八醇（$C_{18}H_{38}O$）不得少于40.0%，十六醇（$C_{16}H_{34}O$）与十八醇（$C_{18}H_{38}O$）的含量之和不得少于90.0%。

【性状】　本品为白色颗粒、片状或块状物。

本品在乙醇和乙醚中易溶，在水中几乎不溶。

熔点　本品的熔点（附录Ⅵ C）为49～56℃。

酸值　应不大于1.0（附录Ⅶ H）。

皂化值　取本品20.0g，依法操作（附录Ⅶ H），应不大于2.0。

碘值　取本品2.0g，加三氯甲烷25ml，振摇使溶解，依法操作（附录Ⅶ H），应不大于2.0。

羟值　应为208～228（附录Ⅶ H）。

【鉴别】　在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**乙醇溶液的澄清度与颜色**　取本品0.50g，加乙醇20ml加热使溶，放冷，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液（附录Ⅸ B）比较，应不得更浓。

【含量测定】　照气相色谱法（附录Ⅴ E）测定。

色谱条件与系统适用性试验　以100%-聚二甲基硅氧烷为固定液的毛细管柱，检测器为氢火焰离子化检测器；柱温205℃，进样口温度250℃，检测器温度250℃；理论板数按十六醇峰计算不低于10 000，十六醇与十八醇峰的分离度应符合规定。

测定法　取本品100mg，精密称定，置100ml量瓶中，加无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取1μl注入气相色谱仪，记录色谱图；另精密称取十六醇对照品、十八醇对照品各适量，加无水乙醇溶解制成每1ml中各含0.5mg的混合溶

液,摇匀,同法操作,按外标法以峰面积计算十八醇的含量及十六醇与十八醇含量之和,即得。

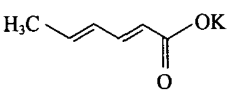
【类别】 药用辅料,释放阻滞剂和基质等。

【贮藏】 密闭,阴凉干燥处保存。

山梨酸钾

Shanlisuanjia

Potassium Sorbate



$C_6H_7KO_2$ 150.22

[509-00-01,24634-61-5]

本品为(*E*,*E*)-(2,4)-己二烯酸钾盐。由山梨酸与碳酸钾或氢氧化钾反应制得。按干燥品计算,含$C_6H_7KO_2$不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色鳞片状或颗粒状结晶或结晶性粉末。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶。

【鉴别】 (1)取本品约0.1g,加水10ml使溶解,加丙酮1ml,滴加稀盐酸使成酸性后,加溴试液2滴,摇匀,能使溴试液褪色。

(2)取本品,加水制成每1ml中含0.2mg的溶液,精密量取适量,加0.1mol/L盐酸溶液制成每1ml中含2μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在264nm的波长处有最大吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集688图)一致。

(4)本品的水溶液显钾盐的火焰反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸碱度** 取本品1.0g,加水20ml溶解后,加酚酞指示液2滴,如显淡红色,加盐酸滴定液(0.1mol/L)0.25ml,淡红色应消失;如无色,加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)0.25ml,应显淡红色。

溶液的澄清度与颜色 取本品0.20g,加水5ml溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与黄色3号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品0.40g,加水15ml使溶解,边搅拌边加稀硝酸10ml,滤过,用水10ml分次洗涤,合并滤液和洗液,加水使成约40ml,依法检查(附录Ⅷ A),与标准氯化钠溶液7.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.018%)。

硫酸盐 取本品1.05g,加水30ml使溶解,边搅拌边加稀盐酸2ml,滤过,用水8ml分次洗涤,合并滤液和洗液,加水使成约40ml,依法检查(附录Ⅷ B),与标准硫酸钾溶液4.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.038%)。

醛 取本品1.0g,置100ml量瓶中,加异丙醇50ml与水30ml使溶解,用1mol/L盐酸溶液调节pH值至精密试纸指示4,加水稀释至刻度,摇匀,精密量取10ml,置纳氏比色管中,加品红-亚硫酸试液(取碱性品红0.2g,溶于120ml热水中,放冷,加10%结晶亚硫酸钠溶液20ml与盐酸2ml,混匀)1ml,摇匀,放置30分钟后,与标准甲醛溶液(精密量取甲醛溶液适量,加水制成每1ml中含甲醛0.1mg的溶液)1.0ml,加异丙醇5ml与水4ml用同一方法制成的对照液比较,不得更深(0.1%)。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过1.0%(附录Ⅷ L)。

重金属 取本品2.0g,置坩埚中,加氧化镁0.5g,缓缓加热使成白色或灰白色。再强热灼烧30分钟后,如仍有颜色,则放冷,用玻棒搅匀,继续灼烧,如此反复操作至产生类白色或灰白色残渣。再在800℃炽灼1小时。用盐酸溶液(1→2)10ml分2次溶解残渣,滴加浓氨溶液至对酚酞指示液显中性,放冷,加冰醋酸使红色消失,再加冰醋酸0.5ml与醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml,移置纳氏比色管中,加水稀释成25ml;另取标准铅溶液2.0ml,加氧化镁0.5g,在105℃干燥后,按上述方法操作后,再用水稀释成25ml,依法检查(附录Ⅷ H第一法),含重金属不得过百万分之十。

砷盐 取本品0.67g,加氢氧化钙1.0g,混合,加水少量,搅拌均匀,干燥后,先用小火烧灼使炭化,再在500~600℃炽灼使完全灰化,放冷,加盐酸5ml与水23ml使溶解,依法检查(附录Ⅷ J第一法),应符合规定(0.0003%)。

【含量测定】 取本品约0.12g,精密称定,加冰醋酸24ml与醋酐1ml溶解后,加结晶紫指示液1滴,用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液显蓝色,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml的高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于15.02mg的$C_6H_7KO_2$。

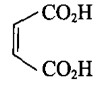
【类别】 药用辅料,防腐剂。

【贮藏】 密封保存。

马来酸(顺丁烯二酸)

Malaisuan

Maleic Acid



$C_4H_4O_4$ 116.07

[110-16-7]

本品为顺丁烯二酸,按无水物计算,含马来酸($C_4H_4O_4$)不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色结晶或结晶性粉末或颗粒。

本品在水、乙醇和丙酮中易溶。

【鉴别】 (1)取本品1%的水溶液0.3ml,加间苯二酚硫

酸溶液(取间苯二酚 33mg,加硫酸 10ml 溶解后,即得)3ml,水浴加热 15 分钟,无颜色产生。

(2)取本品 1%的水溶液 3ml,加入溴试液 1ml,水浴加热至沸除去溴,冷却后,取 0.2ml,加上述间苯二酚硫酸溶液 3ml,水浴加热 15 分钟,即显紫红色。

(3)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸度** 取本品 5.0g,用水 100ml 溶解,依法测定(附录Ⅵ H),pH 值应小于 2.0。

溶液的澄清度与颜色 取本品 5.0g,用水 50ml 溶解后,溶液应澄清无色;如显色,与黄色 1 号标准比色液(附录Ⅸ A 第一法)比较,不得更深。

有关物质 取本品适量,精密称定,加流动相制成每 1ml 中含 0.3mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取 1ml 置 100ml 量瓶中,加流动相稀释至刻度,摇匀,作为主成分自身对照溶液;取富马酸对照品适量,精密称定,加流动相定量稀释制成每 1ml 中含 4.5μg 的溶液,作为富马酸杂质对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件,精密量取上述三种溶液各 10μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有与富马酸保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,富马酸含量不得过 1.5%;其他各杂质峰面积之和不得大于主成分自身对照溶液主峰的峰面积。

铁盐 取本品 2.0g,依法检查(附录Ⅷ G),与标准铁溶液 1.0ml 制成的对照液比较,不得更深(0.0005%)。

重金属 取本品 1.0g,依法检查(附录Ⅷ H 第一法),含重金属不得过百万分之十。

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M 第一法 A)测定,含水分不得过 2.0%。

炽灼残渣 取本品 1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),不得过 0.1%。

砷盐 取本品 1.0g,加盐酸 5ml 与水 23ml 后,依法检查(附录Ⅷ J 第一法),应符合规定(0.0002%)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 pH 2.3 的磷酸溶液为流动相;检测波长为 210nm。称取马来酸对照品和富马酸对照品适量,用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中各含 60μg 的溶液作为系统适用性试验溶液。量取 10μl 注入液相色谱仪,记录色谱图,马来酸峰与富马酸峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品约 15mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度。精密量取适量,加流动相稀释并制成每 1ml 中含 60μg 的溶液,精密量取 10μl 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取马来酸对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 药用辅料,pH 值调节剂和矫味剂等。

【贮藏】 于玻璃容器内避光保存。

修订品种

口服补液盐散(Ⅰ)

Koufu Buyeyan San(Ⅰ)

Oral Rehydration Salts Powder(Ⅰ)

本品每包含氯化钠(NaCl)应为1.575～1.925g,含氯化钾(KCl)应为0.675～0.825g,含碳酸氢钠($NaHCO_3$)应为1.125～1.375g,含葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)应为9.90～12.10g。

【性状】 本品为白色结晶性粉末。

【鉴别】 **大袋** (1)取本品,照葡萄糖项下的鉴别(1)项试验,显相同反应。

(2)■本品显钠盐(1)与氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。■[修订]

小袋 本品显钾盐、氯化物与钠盐的鉴别反应,本品的水溶液显碳酸氢盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 除干燥失重外,应符合散剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ P)。

【含量测定】 **氯化钠** 取本品(大袋)约0.7g,精密称定,加水50ml溶解后,加2%糊精溶液5ml、碳酸钙约0.1g与荧光黄指示液5滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于5.844mg的NaCl。

氯化钾 取本品(小袋)约0.4g,精密称定,加水50ml溶解后,加酚酞指示液1滴,滴加稀硫酸适量使红色消失,加2%糊精溶液5ml、碳酸钙约0.1g与荧光黄指示液5滴,用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于7.455mg的KCl。

碳酸氢钠 取本品(小袋)约0.24g,精密称定,加水50ml溶解后,加甲基橙指示液1滴,用硫酸滴定液(0.05mol/L)滴定。每1ml硫酸滴定液(0.05mol/L)相当于8.401mg的$NaHCO_3$。

葡萄糖 取本品(大袋)约12g,精密称定,置100ml量瓶中,加水80ml溶解后,加氨试液0.2ml,用水稀释至刻度,摇匀,静置30分钟,在25℃时,依法测定旋光度(附录Ⅵ E),与2.0852相乘,即得供试品中含有$C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$的重量(g)。

【类别】 电解质补充药。

【规格】 每包重14.75g(大袋葡萄糖11g,氯化钠1.75g;小袋氯化钾0.75g,碳酸氢钠1.25g)

【贮藏】 密封,在干燥处保存。

右旋糖酐40葡萄糖注射液

Youxuantanggan 40 Putaotang Zhusheye

Dextran 40 and Glucose Injection

本品为右旋糖酐40与葡萄糖的灭菌水溶液。含右旋糖酐40与葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)均应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色、稍带黏性的澄明液体,有时显轻微的乳光。

【鉴别】 照右旋糖酐20葡萄糖注射液项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 **分子量与分子量分布** 照右旋糖酐20项下的方法测定,重均分子量应为32 000～42 000,10%大分子部分重均分子量不得大于120 000,10%小分子部分重均分子量不得小于5000。

■**渗透压摩尔浓度** 取本品,依法检查(附录Ⅸ G),渗透压摩尔浓度应为270～350mOsmol/kg。■[修订]

pH值、5-羟甲基糠醛、重金属、异常毒性、细菌内毒素与过敏反应 照右旋糖酐20葡萄糖注射液项下的方法检查,均应符合规定。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照右旋糖酐20葡萄糖注射液项下的方法测定,用右旋糖酐40做空白试验校正。

【类别】 同右旋糖酐40。

【规格】 (1)10%右旋糖酐40葡萄糖注射液 100ml∶10g右旋糖酐40与5g葡萄糖;250ml∶25g右旋糖酐40与12.5g葡萄糖;500ml∶50g右旋糖酐40与25g葡萄糖

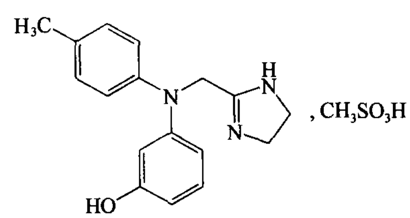
(2)6%右旋糖酐40葡萄糖注射液 100ml∶6g右旋糖酐40与5g葡萄糖;250ml∶15g右旋糖酐40与12.5g葡萄糖;500ml∶30g右旋糖酐40与25g葡萄糖

【贮藏】 在25℃以下保存。

甲磺酸酚妥拉明

Jiahuangsuan Fentuolaming

Phentolamine Mesylate



$C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$　377.46

本品为3-[[(4,5-二氢-1*H*-咪唑-2-基)甲基](4-甲苯基)氨基]苯酚甲磺酸盐。按干燥品计算,含$C_{17}H_{19}N_3O$·

CH_4O_3S不得少于99.0%。

【性状】 本品为白色或类白色的结晶性粉末；无臭，味苦。

本品在水或乙醇中易溶，在三氯甲烷中微溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为176～181℃，熔融时同时分解。

【鉴别】 (1)取本品约30mg，加水15ml溶解后，分成三份，分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液，分别产生■棕色■[修订]沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)取本品50mg与氢氧化钠0.2g，加水数滴溶解后，小火蒸干，再缓缓加热至熔融，继续加热数分钟，放冷，加水0.5ml与稍过量的稀盐酸，■加热■[修订]即发生二氧化硫气体的臭气。

(3)本品的红外光吸收图谱应与甲磺酸酚妥拉明对照品的图谱一致(附录Ⅳ C)。

【检查】 **酸碱度** 取本品0.10g，加水10ml溶解后，加甲基红指示液1滴，应显红色；再加氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)0.05ml，应变成黄色。

氯化物 取本品0.10g，加水5ml与稀硝酸1ml，温热至80℃后，加硝酸银试液1ml，不得发生白色浑浊。

有关物质 取本品约10mg，置10ml量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液和对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的5倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，■单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，■[修订]各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.02倍的峰忽略不计。

■**残留溶剂** 甲醇、乙醇、乙酸乙酯与二甲苯 取本品适量，精密称定，加*N*,*N*-二甲基甲酰胺适量，立即振摇使溶解并稀释制成每1ml中约含0.1g的溶液，作为供试品溶液；另精密称取甲醇、乙醇、乙酸乙酯与二甲苯适量，加*N*,*N*-二甲基甲酰胺溶解并稀释制成每1ml中含甲醇0.3mg、乙醇0.5mg、乙酸乙酯0.5mg与二甲苯0.217mg的溶液，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第三法)测定，以100%二甲基聚硅氧烷为固定液；起始温度40℃，以每分钟15℃的速率升温至80℃，维持5分钟，然后以每分钟6℃的速率升温至130℃，维持1分钟，再以每分钟40℃的速率升温至220℃，维持3分钟；进样口温度为200℃；检测器温度为250℃。取对照品溶液1μl注入气相色谱仪，各成分峰间的分离度均应符合要求。精密量取供试品溶液与对照品溶液各1μl，分别注入气相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，均应符合规定。■[增订]

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 不得过0.1%(附录Ⅷ N)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以0.01mol/L庚烷磺酸钠溶液(含0.1%三乙胺，用磷酸调节pH值至3.0)-乙腈(64∶36)为流动相；检测波长为278nm。■取甲磺酸酚妥拉明对照品约25mg，置25ml量瓶中，加0.05mol/L氢氧化钠溶液0.5ml，放置24小时，使部分甲磺酸酚妥拉明降解为杂质Ⅰ，加0.05mol/L盐酸溶液0.5ml中和，用流动相稀释至刻度，摇匀，取溶液20μl注入液相色谱仪，酚妥拉明峰与杂质Ⅰ峰(与酚妥拉明峰相邻的主要降解物为杂质Ⅰ)之间的分离度应符合要求。理论板数按酚妥拉明峰计算不低于3000。■[修订]

测定法 取本品约25mg，精密称定，置25ml量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取甲磺酸酚妥拉明对照品，同法测定。按外标法以酚妥拉明峰面积计算，即得。

【类别】 α肾上腺素受体阻滞药。

【贮藏】 遮光，密封保存。

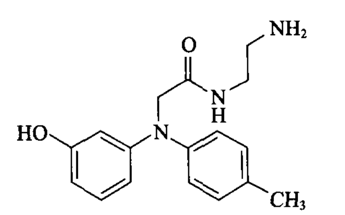
【制剂】 ■(1)甲磺酸酚妥拉明片 (2)甲磺酸酚妥拉明注射液 (3)甲磺酸酚妥拉明胶囊 (4)注射用甲磺酸酚妥拉明■[修订]

■**附：**

杂质Ⅰ

N-(2-氨乙基)-2-[(3-羟苯基)(4-甲苯基)氨基]乙酰胺

N-(2-aminoethyl)-2-[(3-hydroxyphenyl)(4-methylphenyl)amino]acetamide■[增订]



$C_{17}H_{21}N_3O_2$ 299.37

注射用甲磺酸酚妥拉明

Zhusheyong Jiahuangsuan Fentuolaming

Phentolamine Mesylate for Injection

本品为甲磺酸酚妥拉明加适量甘露醇制成的无菌冻干品。含甲磺酸酚妥拉明($C_{17}H_{19}N_3O \cdot CH_4O_3S$)应为标示量

的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为白色至类白色的疏松块状物或粉末。

【鉴别】 (1)取本品约 30mg,加水 15ml 溶解后,分成三份,分别加碘试液、碘化汞钾试液与三硝基苯酚试液,分别产生■棕色■[修订]沉淀、白色沉淀与黄色沉淀。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **酸度** 取本品 5 瓶,每瓶加水 1ml 溶解后,合并,依法测定(附录Ⅵ H),pH 值应为 4.5～6.5。

有关物质 取本品适量(约相当于甲磺酸酚妥拉明 10mg),置 10ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照甲磺酸酚妥拉明有关物质项下的方法测定,供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,■杂质Ⅰ的峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),■[修订]各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(2.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.02 倍的峰忽略不计。

■**含量均匀度** 取本品 1 瓶,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含甲磺酸酚妥拉明 0.1mg 的溶液作为供试品溶液。照甲磺酸酚妥拉明含量测定项下的方法测定含量,应符合规定(附录Ⅹ E)■[增订]。

细菌内毒素 取本品,可用 0.06EU/ml 以上的高灵敏度鲎试剂,依法检查(附录Ⅺ E),每 1mg 甲磺酸酚妥拉明中含内毒素的量应小于 5.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 ■取含量均匀度项下测定结果的平均值,即得。■[修订]

【类别】 同甲磺酸酚妥拉明。

【规格】 10mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

尼可刹米注射液

Nikeshami Zhusheye

Nikethamide Injection

本品为尼可刹米的灭菌水溶液。含尼可刹米($C_{10}H_{14}N_2O$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品 5ml,加碳酸钠使饱和后,即析出油层(与烟酰胺注射液的区别),分取油层,照尼可刹米项下的鉴别(1)、(2)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)取本品适量(约相当于尼可刹米 20mg),加二氯甲烷 20ml,振摇提取,水浴蒸干二氯甲烷层,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 135 图)一致。

【检查】 **pH 值** 应为 5.5～7.8(附录Ⅵ H)。

有关物质 取本品适量,用水稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 100ml 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照尼可刹米有关物质项下的方法试验。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

■**细菌内毒素** 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每 1mg 尼可刹米中含内毒素的量应小于 0.12EU。■[增订]

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 用内容量移液管精密量取本品 2ml,置 200ml 量瓶中,用 0.5%硫酸溶液分次洗涤移液管内壁,洗液并入量瓶中,用 0.5%硫酸溶液稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用 0.5%硫酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含尼可刹米 20μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在 263nm 的波长处测定吸光度,按 $C_{10}H_{14}N_2O$ 的吸收系数($E_{1cm}^{1\%}$)为 292 计算,即得。

【类别】 同尼可刹米。

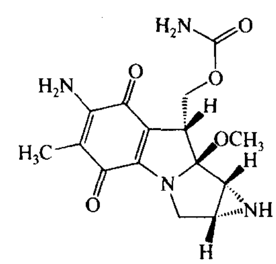
【规格】 (1)1.5ml:0.375g (2)2ml:0.5g

【贮藏】 遮光,密闭保存。

丝裂霉素

Siliemeisu

Mitomycin



$C_{15}H_{18}N_4O_5$ 334.33

■本品为 6-氨基-1,1*a*,2,8,8*a*,8*b*-六氢-8-(羟甲基)-8*a*-甲氧基-5-甲基氮丙啶并[2′,3′:3,4]吡咯并[1,2-*a*]吲哚-4,7-二酮氨基甲酸酯。按干燥品计算,含 $C_{15}H_{18}N_4O_5$ 不得少于 97.0%。■[修订]

【性状】 本品为深紫色结晶性粉末;无臭;遇酸、碱及日光照射均不稳定。

本品在水、甲醇或乙醇中微溶,在乙醚中几乎不溶。

【鉴别】 (1)取本品,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 217nm 与 365nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集918图)一致。

【检查】 **结晶性** 取本品少许,依法检查(附录Ⅸ D),应符合规定。

酸碱度 取本品,加水制成每1ml中含5mg的悬浮液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.5~7.5。

有关物质 取本品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中含2mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用甲醇定量稀释制成每1ml中含10μg的溶液,作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以0.077%醋酸铵溶液-甲醇(80:20)为流动相A;以0.077%醋酸铵溶液-甲醇(50:50)为流动相B,按下表进行线性梯度洗脱,检测波长为254nm,柱温30℃。另取肉桂酰胺与丝裂霉素对照品适量,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中分别含0.08mg与0.2mg的溶液作为系统适用性溶液,取5μl注入液相色谱仪,记录色谱图,丝裂霉素峰的保留时间约为21分钟,肉桂酰胺峰的相对保留时间约为1.3,丝裂霉素峰与肉桂酰胺峰的分离度应不小于15.0。精密量取供试品溶液与对照溶液各5μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,肉桂酰胺峰按校正后的峰面积计算(乘以校正因子0.35),不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%),■各杂质峰面积的和按校正后的峰面积计算不得大于对照溶液主峰面积的4倍(2.0%),■[修订]供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	100	0
10	100	0
30	0	100
45	0	100
50	100	0

干燥失重 取本品,以五氧化二磷为干燥剂,在60℃减压干燥至恒重,减失重量不得过2.0%(附录Ⅷ L)。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg丝裂霉素中含内毒素的量应小于10EU。

■**【含量测定】** **色谱条件与系统适用性试验** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂,以0.077%醋酸铵溶液-甲醇(70:30)为流动相;检测波长为365nm;取有关物质检查项下的系统适用性溶液5μl,注入液相色谱仪,记录色谱图,丝裂霉素峰与肉桂酰胺峰的分离度应符合要求,丝裂霉素峰拖尾因子应不大于1.3。

测定法 取本品适量,精密称定,加甲醇溶解并稀释制成每1ml中约含0.2mg的溶液,精密量取5μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取丝裂霉素对照品适量,同法测定,按外标法以峰面积计算,即得。■[修订]

【类别】 抗肿瘤抗生素类药。

【贮藏】 严封,在凉暗处保存。

【制剂】 注射用丝裂霉素

地 高 辛 片

Digaoxin Pian

Digoxin Tablets

本品含地高辛($C_{41}H_{64}O_{14}$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品的细粉适量(约相当于地高辛0.25mg),加含三氯化铁的冰醋酸(取冰醋酸10ml,加三氯化铁试液1滴)1ml,振摇数分钟,用垂熔玻璃漏斗滤过,滤液置小试管中,沿管壁缓缓加硫酸1ml使成两液层,接界处即显棕色;放置后,上层显靛蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **有关物质** 取本品的细粉适量(约相当于地高辛10mg),精密称定,■置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇10ml,密塞,超声30分钟使地高辛溶解,放冷,■[订正]摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取2ml,置100ml量瓶中,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另取洋地黄毒苷对照品,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中含0.02mg的溶液,作为对照品溶液。照地高辛有关物质项下的方法测定。供试品溶液的色谱图中如有与洋地黄毒苷保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算,含洋地黄毒苷不得过地高辛标示量的2.0%;如有其他杂质峰(相对保留时间0.25之前的峰除外),单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(4.0%)。

含量均匀度 取本品1片,置25ml量瓶中,加水10ml,振摇使崩解,加乙醇10ml,摇匀,超声30分钟使地高辛溶解,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,经滤膜(孔径不得大于0.45μm)滤过,取续滤液作为供试品溶液;另取地高辛对照品适量,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中含10μg的溶液,作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定含量。除限度为±20%外,应符合规定(附录Ⅹ E)。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第三法),以水250ml为溶出介质,转速为每分钟100转,依法操作,经60分钟时,取溶液滤膜滤过,取续滤液作为供试品溶液;另精密称取地高辛对照品约12.5mg,置100ml量瓶中,加稀乙醇适量,振摇使溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取适量,用水定量稀释制成每1ml中约含1μg的溶液,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各100μl,照含量测定项下的色谱条件测定,计算每片的溶出量。限度为标示量的65%,

应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以乙腈-水(32∶68)为流动相;柱温为30℃;检测波长为230nm。理论板数按地高辛峰计算不低于1500。

测定法　取本品20片,精密称定,研细,精密称取适量(约相当于地高辛2.5mg),置25ml量瓶中,加稀乙醇适量,超声30分钟使地高辛溶解,放冷,用稀乙醇稀释至刻度,摇匀,滤膜滤过,精密量取续滤液20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取地高辛对照品,精密称定,加稀乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】　同地高辛。

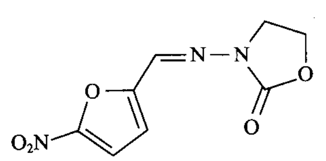
【规格】　0.25mg

【贮藏】　密封保存。

呋喃唑酮

Funanzuotong

Furazolidone



$C_8H_7N_3O_5$　225.16

本品为3-[[(5-硝基-2-呋喃基)亚甲基]氨基]-2-噁唑烷酮。按干燥品计算,含$C_8H_7N_3O_5$应为97.0%～103.0%。

【性状】　本品为黄色粉末或结晶性粉末;无臭,初无味后微苦。

本品在二甲基甲酰胺中微溶,在三氯甲烷中极微溶解,在水、乙醇或乙醚中几乎不溶。

【鉴别】　(1)取本品约20mg,加乙醇5ml与氢氧化钠溶液(1→10)3ml,即显红色。

(2)取本品约1mg,加二甲基甲酰胺0.1ml使溶解,加水5ml、亚硝基铁氰化钠试液1ml与氢氧化钠试液1ml,摇匀,放置2分钟,溶液初显橄榄绿色,渐变为墨绿色(与呋喃西林、呋喃妥因的区别)。

(3)取含量测定项下的供试品溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在367nm的波长处有最大吸收,在302nm的波长处有最小吸收。

(4)■本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集182图)一致。■[修订]

【检查】　**酸度**　取本品1g,加水100ml,振摇15分钟,滤过,取滤液依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.5～7.0。

乙醇中溶解物　取本品5g,置250ml锥形瓶中,加乙醇100ml,加热回流5分钟,放冷至25℃±2℃,用5号垂熔漏斗滤过,滤渣用乙醇50ml洗涤,洗液与滤液合并,置已称定重量的蒸发皿中,蒸去乙醇,残渣在80℃干燥1小时,遗留残渣不得过0.5%。

5-硝基糠醛二乙酸酯　避光操作。取本品约50mg,精密称定,置10ml量瓶中,加二甲基甲酰胺5ml,置水浴中微温使溶解,放冷,用丙酮稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取5-硝基糠醛二乙酸酯对照品适量,加二甲基甲酰胺-丙酮(1∶1)溶液溶解并定量稀释制成每1ml中含50μg的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述两种溶液各20μl,分别点于同一硅胶G薄层板上,以甲苯-二氧六环(95∶5)为展开剂,展开,取出,晾干,在105℃干燥5分钟,喷以盐酸苯肼溶液(取盐酸苯肼0.75g,加乙醇10ml使溶解,用水稀释至50ml,用活性炭脱色,滤过,取全部滤液,加盐酸25ml,加水至200ml),在105℃加热5分钟,供试品溶液如显与对照品溶液主斑点相应的杂质斑点,其颜色与对照品溶液主斑点比较,不得更深(1.0%)。

干燥失重　取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.2%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之二十。

【含量测定】　避光操作。取本品约20mg,精密称定,置250ml量瓶中,加二甲基甲酰胺40ml,振摇使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取10ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液。照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在367nm的波长处测定吸光度;另取呋喃唑酮对照品,同法测定,计算,即得。

【类别】　抗菌药。

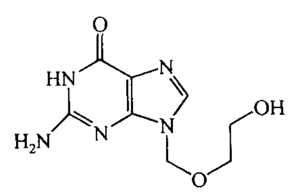
【贮藏】　遮光,密封保存。

【制剂】　呋喃唑酮片

阿昔洛韦

Axiluowei

Aciclovir



$C_8H_{11}N_5O_3$　225.21

本品为9-(2-羟乙氧甲基)鸟嘌呤。按干燥品计算,含$C_8H_{11}N_5O_3$不得少于98.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭,无味。

本品在冰醋酸或热水中略溶,在乙醚或二氯甲烷中几乎不溶;在氢氧化钠试液中易溶。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集213图)一致。

【检查】 ■**溶液的澄清度与颜色** 取本品0.50g,加1%氢氧化钠溶液10ml使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,不得更浓(供注射用)或与2号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,不得更浓(供口服、外用);如显色,与黄色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深(供注射用)或与黄色2号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深(供口服、外用)。■[修订]

有关物质 取本品,加二甲基亚砜溶解并稀释制成每1ml中含10mg的溶液,照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述溶液5μl,点于硅胶GF_{254}薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-浓氨溶液(80:20:2)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(254nm)下检视,除主斑点外,不得显其他杂质斑点。

鸟嘌呤与其他有关物质 精密称取本品约40mg,置200ml量瓶中,加0.4%氢氧化钠溶液2ml使溶解,加0.1%(*V/V*)磷酸溶液25ml后用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,加0.1%磷酸溶液5ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另精密称取鸟嘌呤对照品10mg,置50ml量瓶中,加0.4%氢氧化钠溶液5ml使溶解,加0.1%磷酸溶液5ml,用水稀释至刻度,摇匀,作为鸟嘌呤对照品贮备液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为鸟嘌呤杂质对照品溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水为流动相A,甲醇为流动相B,按下表进行梯度洗脱;柱温35℃;检测波长为254nm。取鸟嘌呤对照品溶液与对照溶液各适量,等体积混合,摇匀,取20μl注入液相色谱仪,调节色谱系统及检测灵敏度,阿昔洛韦峰与鸟嘌呤峰之间的分离度应大于3.0;阿昔洛韦峰的峰高约为满量程的10%。再精密量取供试品溶液、鸟嘌呤对照品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,鸟嘌呤的量按外标法以峰面积计算,不得过0.7%;其他各杂质峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	94	6
15	94	6
40	65	35
41	94	6
51	94	6

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过6.0%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;甲醇-水(10:90)为流动相;检测波长为254nm。取阿昔洛韦对照品溶液5ml,加入鸟嘌呤与其他有关物质项下的鸟嘌呤对照品贮备液1ml,摇匀,取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图,阿昔洛韦峰与鸟嘌呤峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品约50mg,精密称定,置50ml量瓶中,加0.4%氢氧化钠溶液5ml使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取2ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取阿昔洛韦对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 抗病毒药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 (1)阿昔洛韦片 (2)阿昔洛韦咀嚼片 (3)阿昔洛韦乳膏 (4)阿昔洛韦胶囊 (5)阿昔洛韦滴眼液 (6)阿昔洛韦颗粒 (7)注射用阿昔洛韦

阿昔洛韦滴眼液

Axiluowei Diyanye

Aciclovir Eye Drops

本品含阿昔洛韦($C_8H_{11}N_5O_3$)应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为无色的澄明液体。低温时可有结晶析出,微温即溶。

【鉴别】 (1)取本品20ml,置蒸发皿中,置水浴上蒸干,残渣加盐酸2ml,置水浴上蒸干,再加盐酸1ml与氯酸钾约30mg,置水浴上蒸干,残渣滴加氨试液即显紫红色,再加氢氧化钠试液数滴,紫红色消失。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH值** 应为7.5~9.0(附录Ⅵ H)。

鸟嘌呤 精密量取本品适量,用水稀释制成每1ml中含阿昔洛韦200μg的溶液,作为供试品溶液;另取鸟嘌呤对照品10mg,精密称定,置50ml量瓶中,加0.4%氢氧化钠溶液5ml使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取1ml,置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。照含量测定项下的色谱条件,精密量取供试品溶液与对照品溶液各20μl,分

别注入液相色谱仪，记录色谱图。含鸟嘌呤的量按外标法以峰面积计算，不得大于阿昔洛韦标示量的1.0%。

■**羟苯乙酯、苯扎溴铵与硫柳汞** 照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以1%三乙胺溶液（用磷酸调节pH值至3.0）为流动相A，甲醇为流动相B，按下表梯度洗脱；检测波长262nm；羟苯乙酯峰、苯扎溴铵峰与硫柳汞峰之间的分离度均应符合规定。

时间(分钟)	流动相A(%)	流动相B(%)
0	50	50
2	50	50
17	10	90
29	10	90
30	50	50
38	50	50

测定法 精密称取硫柳汞对照品约20mg，加水溶解并稀释至100ml，作为硫柳汞贮备液；精密称取苯扎溴铵对照品约25mg，加水溶解并稀释至50ml，作为苯扎溴铵贮备液；精密称取羟苯乙酯对照品25mg，置100ml量瓶中，加乙醇5ml溶解并用水稀释至刻度，作为羟苯乙酯贮备液。分别精密量取硫柳汞贮备液5ml、苯扎溴铵贮备液10ml与羟苯乙酯贮备液1ml，置同一50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为混合对照品溶液。取本品作为供试品溶液（含硫柳汞、苯扎溴铵的样品），或取样品2ml，置100ml量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液（含羟苯乙酯的样品）。精密量取供试品溶液与混合对照品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。按外标法以峰面积计算，即得。供试品中如含羟苯乙酯、苯扎溴铵或硫柳汞类防腐剂，不得过标示量的120%。■[增订]

渗透压摩尔浓度 取本品，依法测定（附录Ⅸ G），本品的渗透压摩尔浓度为250～310mOsmol/kg。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ G）。

【含量测定】 精密量取本品适量，用水定量稀释制成每1ml中约含阿昔洛韦20μg的溶液，照阿昔洛韦项下的方法测定，计算，即得。

【类别】 同阿昔洛韦。

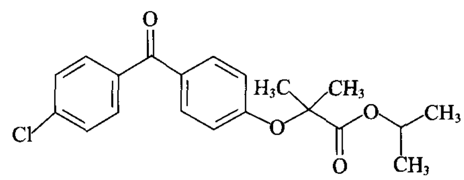
【规格】 (1)0.5ml：0.5mg (2)5ml：5mg (3)8ml：8mg

【贮藏】 密封，在凉暗处保存。

非诺贝特

Feinuobeite

Fenofibrate



$C_{20}H_{21}ClO_4$ 360.84

本品为2-甲基-2-[4-(4-氯苯甲酰基)苯氧基]丙酸异丙酯。按干燥品计算，含$C_{20}H_{21}ClO_4$不得少于98.5%。

【性状】 本品为白色或类白色结晶性粉末；无臭，无味。

本品在三氯甲烷中极易溶解，在丙酮或乙醚中易溶，在乙醇中略溶，在水中几乎不溶。

熔点 本品的熔点（附录Ⅵ C）应为78～82℃。

【鉴别】 (1)取本品，加无水乙醇制成每1ml中约含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）测定，在286nm的波长处有最大吸收。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集248图）一致。

【检查】 **乙醇溶液的澄清度与颜色** 取本品1.0g，加乙醇25ml，振摇使溶解（必要时微温），溶液应澄清无色；如显色，与黄色1号标准比色液（附录Ⅸ A第一法）比较，不得更深。

硫酸盐 取本品1.0g，加水50ml，振摇，在50℃加热10分钟，充分振摇使溶解，放冷，滤过，取滤液25ml，依法检查（附录Ⅷ B），与标准硫酸钾溶液2.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.04%）。

氯化物 取本品2.0g，加水10ml，振摇，在50℃加热10分钟，充分振摇溶解，放冷，加水至20ml，滤过，取滤液10ml，依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液10.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.01%）。

有关物质 取本品，加流动相溶解并稀释制成每1ml中约含0.4mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用流动相稀释制成每1ml中含0.4μg的溶液，作为对照溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水（用磷酸调节pH值至2.5）-乙腈（30：70）为流动相；检测波长为286nm。取4'-氯-4-羟基二苯甲酮（杂质Ⅰ）与2-[4-(4-氯苯甲酰)-苯氧基]-2-甲基丙酸（杂质Ⅱ）适量，加流动相溶解制成每1ml中各含■1μg■[订正]的混合溶液，取10μl，注入液相色谱仪，杂质Ⅰ峰与杂质Ⅱ峰的分离度应符合要求；取对照溶液10μl，注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使

主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%；再精密量取供试品溶液与对照溶液各10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积(0.1%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的5倍(0.5%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.1倍的峰可忽略不计。

残留溶剂　丙酮、异丙醇、三氯甲烷与甲苯　取本品约1.0g，精密称定，置20ml顶空瓶中，精密加入内标溶液(取正丙醇，用二甲基甲酰胺稀释制成每1ml中约含1mg的溶液)1ml与二甲基甲酰胺9ml，振摇使溶解，密封，作为供试品溶液；另分别取丙酮、异丙醇、三氯甲烷与甲苯各适量，精密称定，用二甲基甲酰胺定量稀释制成每1ml中分别约含1mg、1mg、0.012mg与0.178mg的混合溶液，精密量取5ml，置20ml顶空瓶中，精密加入内标溶液1ml与二甲基甲酰胺4ml，摇匀，密封，作为对照品溶液。照残留溶剂测定法(附录Ⅷ P第二法)试验。以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(或极性相近)为固定液；起始温度为40℃，维持8分钟，以每分钟45℃的速率升温至200℃，维持3分钟；进样口温度200℃；检测器温度250℃；顶空瓶平衡温度为80℃，平衡时间为30分钟。取对照品溶液顶空进样，各成分峰之间的分离度均应符合要求。再取供试品溶液与对照品溶液分别顶空进样，记录色谱图。按内标法以峰面积计算，均应符合规定。

干燥失重　取本品，在50℃减压干燥至恒重，减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣　取本品1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H第二法)，含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以水(用磷酸调节pH值至2.5)-乙腈(30：70)为流动相；检测波长为286nm，理论板数按非诺贝特峰计算不低于3000。

测定法　取本品约10mg，精密称定，置100ml量瓶中，加流动相适量，充分振摇使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取非诺贝特对照品，同法测定，按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】　降血脂药。

【贮藏】　遮光，密封保存。

【制剂】　(1)非诺贝特片　(2)非诺贝特胶囊

非诺贝特片

Feinuobeite Pian

Fenofibrate Tablets

本品含非诺贝特($C_{20}H_{21}ClO_4$)应为标示量的93.0%～107.0%。

【性状】　本品为白色或类白色片。

【鉴别】　(1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的细粉适量，加无水乙醇适量，充分振摇使非诺贝特溶解，滤过，用无水乙醇稀释制成每1ml中约含10μg的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在286nm的波长处有最大吸收。

【检查】　**有关物质**　取本品细粉适量，加流动相适量，振摇使非诺贝特溶解并制成每1ml中约含非诺贝特0.4mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，加流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照非诺贝特有关物质项下的方法测定。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积■0.01■[订正]倍的峰可忽略不计。

溶出度　取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法)，以1.0%十二烷基硫酸钠溶液1000ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经60分钟时，取溶液10ml，滤过，精密量取续滤液5ml，置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取非诺贝特对照品约10mg，精密称定，置100ml量瓶中，加无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀，精密量取5ml，置50ml量瓶中，加溶出介质5ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。取上述二种溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)，在289nm的波长处测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为标示量的60%，应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于非诺贝特10mg)，置100ml量瓶中，加流动相适量，充分振摇使非诺贝特溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液，照非诺贝特含量测定项下的方法测定，即得。

【类别】　同非诺贝特。

【规格】　0.1g

【贮藏】　遮光，密封保存。

非诺贝特胶囊

Feinuobeite Jiaonang

Fenofibrate Capsules

本品含非诺贝特($C_{20}H_{21}ClO_4$)应为标示量的90.0%～110.0%。

【鉴别】(1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品的内容物适量,加无水乙醇适量,充分振摇使非诺贝特溶解,滤过,用无水乙醇稀释制成每1ml中约含10μg的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在286nm的波长处有最大吸收。

【检查】**有关物质** 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量,加流动相适量,振摇使非诺贝特溶解并制成每1ml中约含非诺贝特0.4mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取1ml,置100ml量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照非诺贝特有关物质项下的方法测定。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的0.5倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液的主峰面积(1.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积■0.01■[订正]倍的峰可忽略不计。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第二法),以1.0%十二烷基硫酸钠溶液1000ml为溶出介质,转速为每分钟120转,依法操作,经60分钟时,取溶液10ml,滤过,精密量取续滤液5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为供试品溶液;另取非诺贝特对照品10mg,精密称定,置100ml量瓶中,加无水乙醇溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,加溶出介质5ml,加水稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。取上述二种溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在289nm的波长处测定吸光度,计算每粒的溶出量。限度为标示量的60%,应符合规定。

其他 应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于非诺贝特10mg),置100ml量瓶中,加流动相适量,充分振摇使非诺贝特溶解,用流动相稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液,照非诺贝特含量测定项下的方法测定,即得。

【类别】同非诺贝特。

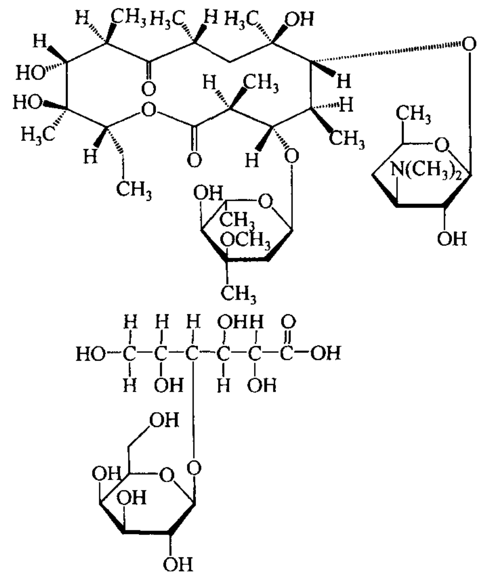
【规格】0.1g

【贮藏】遮光,密封保存。

乳糖酸红霉素

Rutangsuan Hongmeisu

Erythromycin Lactobionate



$C_{37}H_{67}NO_{13} \cdot C_{12}H_{22}O_{12}$ 1092.24

本品为红霉素的乳糖醛酸盐。按无水物计算,每1mg的效价不得少于610红霉素单位。

【性状】本品为白色或类白色的结晶或粉末;无臭,味苦。

本品在水或乙醇中易溶,在丙酮或三氯甲烷中微溶,在乙醚中不溶。

【鉴别】(1)在红霉素A组分项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与标准品溶液主峰的保留时间一致。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集257图)一致。如发现在1750～1680cm^{-1}处的吸收峰与对照的图谱不一致时,可取本品适量,溶于无水乙醇中,在水浴上蒸干,置减压干燥器中减压干燥后测定。

【检查】**酸碱度** 取本品0.85g,加水10ml溶解后,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为6.0～7.5。

溶液的澄清度与颜色 取本品5份,各0.85g,分别加水10ml溶解后,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,均不得更浓;如显色,与黄色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,均不得更深。

红霉素B、C组分及有关物质 取本品,加甲醇适量(10mg加甲醇1ml)溶解后,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15:1)定量稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液5ml,置100ml量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15:1)稀释到刻度,摇匀,作为对照溶液。照红霉素A组分项下的色谱条件,取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的

峰高约为满量程的 50%，精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主峰保留时间的 5 倍。红霉素 B 按校正后的峰面积计算（乘以校正因子 0.7）和红霉素 C 峰面积均不得大于对照溶液主峰面积（5.0%）。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，除乳糖酸外（约为 2 分钟），红霉素烯醇醚和杂质 1 按校正后的峰面积计算（分别乘以校正因子 0.09、0.15）和其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的 0.6 倍（3.0%）；其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积（5.0%），（供试品溶液应临用前新配）供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.01 倍的峰忽略不计。

水分　取本品约 0.2g，加 10% 的咪唑无水甲醇溶液使溶解，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法 A）测定，含水分不得过 4.0%。

红霉素 A 组分　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐溶液（取磷酸氢二钾 8.7g，加水 1000ml，用 20% 磷酸调节 pH 值至 8.2）-乙腈（40：60）为流动相；柱温 35℃；波长为 215nm。取红霉素标准品适量，130℃加热破坏 4 小时，加甲醇适量（红霉素 10mg 加甲醇 1ml）溶解后，用磷酸盐缓冲液（pH 7.0）-甲醇（15：1）稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液，取 20μl 注入液相色谱仪。记录色谱图至红霉素 A 保留时间的 5 倍。按红霉素 C、红霉素 A、杂质 1、红霉素 B、红霉素烯醇醚峰的顺序出峰（必要时，用红霉素 C、红霉素 B、红霉素烯醇醚对照品进行峰定位）。红霉素 A 峰与红霉素烯醇醚峰的分离度应大于 14.0，红霉素 A 峰的拖尾因子应小于 2.0。

测定法　取本品约 0.17g 和红霉素的标准品约 0.1g，精密称定，分别加甲醇适量（10mg 加甲醇 1ml）溶解后，用磷酸盐缓冲盐（pH 7.0）-甲醇（15：1）定量稀释制成每 1ml 中约含红霉素 4mg 的溶液，分别作为供试品溶液和标准品溶液；精密量取供试品溶液与标准品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，■按外标法以峰面积计算供试品中红霉素 A 的含量。按无水物计，不得少于 59.1%。■[修订]

可见异物　取本品 5 份，每份为制剂最大规格量，分别加微粒检查用水溶解，依法检查（附录Ⅸ H），应符合规定。

不溶性微粒　取本品 3 份，分别加微粒检查用水溶解，依法检查（附录Ⅸ C），每 1g 样品中，含 10μm 以上的微粒不得过 6000 粒，含 25μm 以上的微粒不得过 600 粒。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每 1mg 红霉素中含内毒素的量应小于 1.0EU。

无菌　取本品，用适宜溶剂溶解后，转移至不少于 500ml 的 0.9% 无菌氯化钠溶液中，用薄膜过滤法处理后，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

【含量测定】　取本品适量，精密称定，加灭菌水定量制成每 1ml 中约含 1000 单位的溶液，照抗生素微生物检定法红霉素项下的方法（附录Ⅺ A）测定。1000 红霉素单位相当于 1mg 的 $C_{37}H_{67}NO_{13}$。可信限率不得大于 7%。

【类别】　大环内酯类抗生素。

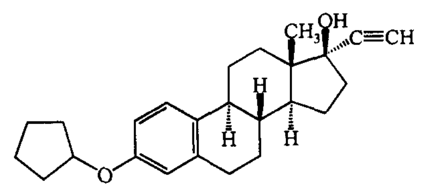
【贮藏】　严封，在干燥处保存。

【制剂】　注射用乳糖酸红霉素

炔　雌　醚

Quecimi

Quinestrol



$C_{25}H_{32}O_2$　364.50

本品为 3-环戊基氧基-19-去甲-17α-孕甾-1,3,5(10)-三烯-20-炔-17-醇。按干燥品计算，含 $C_{25}H_{32}O_2$ 应为 97.5%～102.5%。

【性状】　本品为白色或类白色的结晶或结晶性粉末。

本品在乙醇、丙酮、乙酸乙酯或三氯甲烷中溶解，在水中几乎不溶。

熔点　本品的熔点（附录Ⅵ C）为 106～112℃。

比旋度　取本品，精密称定，加二氧六环溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，依法测定（附录Ⅵ E），比旋度为 0°至 +5°。

【鉴别】　（1）取本品约 2mg，加硫酸 2ml 溶解，溶液即显橙红色，在紫外光灯下观察显黄绿色荧光；加水 2ml，即产生红色沉淀。

■（2）在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。■[修订]

（3）本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（光谱集 1163 图）一致。

【检查】　■**有关物质**　取本品，加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 4mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍，供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍（3.0%）。■[修订]

干燥失重　取本品，在 80℃干燥至恒重，减失重量不得过 1.0%（附录Ⅷ L）。

■**【含量测定】**　照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以甲醇-水（90：10）为流动相；检测波长为 279nm。分别取炔雌醇与炔雌醚适量，加无水乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中各含 0.1mg 的混合溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，理

论板数按炔雌醚峰计算不低于2000，炔雌醚峰与炔雌醇峰之间的分离度应大于12。

测定法　取本品适量，精密称定，加无水乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.4mg的溶液，精密量取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取炔雌醚对照品适量，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。■[修订]

【类别】　雌激素药。

【贮藏】　密封保存。

单硝酸异山梨酯缓释片

Danxiaosuan Yishanlizhi Huanshipian

Isosorbide Mononitrate Sustained-release Tablets

本品含单硝酸异山梨酯（$C_6H_9NO_6$）应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为类白色片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】　(1)取本品的细粉适量(约相当于单硝酸异山梨酯60mg)，加三氯甲烷10ml，充分振摇，滤过，滤液置水浴上蒸干，取残渣约20mg，置试管中，加水1ml与浓硫酸2ml，混匀，溶解后放冷，沿管壁缓缓加硫酸亚铁试液3ml，使成两液层，接界面显棕色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】　**硝酸异山梨酯与2-单硝酸异山梨酯**　取本品的细粉适量(约相当于单硝酸异山梨酯50mg)，精密称定，置50ml量瓶中，加流动相约35ml，振摇20分钟，用流动相稀释至刻度，摇匀，离心，取上清液，滤过，取续滤液作为供试品溶液；另取硝酸异山梨酯对照品和2-单硝酸异山梨酯对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1ml中各约含5μg的混合溶液作为对照品溶液。照单硝酸异山梨酯有关物质项下的方法测定，供试品溶液的色谱图中，如有与硝酸异山梨酯峰和2-单硝酸异山梨酯峰保留时间一致的色谱峰，按外标法以峰面积计算，均不得过单硝酸异山梨酯标示量的0.5%。

释放度　取本品，照释放度测定法(附录Ⅹ D第一法)，采用溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)的装置，以水500ml为释放介质，转速为每分钟50转，依法操作，经1小时、4小时和8小时时，分别取溶液5ml，滤过，并即时补充相同温度、相同体积的释放介质，照含量测定项下的色谱条件，分别精密量取续滤液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取单硝酸异山梨酯对照品，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含60μg(30mg规格)、80μg(40mg规格)、100μg(50mg规格)或120μg(60mg规格)的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积分别计算每片在不同时间的释放量。本品每片在1小时、4小时与8小时时的释放量应分别为标示量的15%～40%、40%～75%和75%以上，应符合规定。

其他　应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】　取本品20片，精密称定，研细，精密称取适量(约相当于单硝酸异山梨酯25mg)，■置250ml量瓶中，加流动相适量，振摇20分钟使单硝酸异山梨酯溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，滤过。■[订正]照单硝酸异山梨酯含量测定项下的方法测定，即得。

【类别】　同单硝酸异山梨酯。

【规格】　(1)30mg　(2)40mg　(3)50mg　(4)60mg

【贮藏】　遮光，密封保存。

枸橼酸铋钾胶囊

Juyuansuanbijia Jiaonang

Bismuth Potassium Citrate Capsules

本品含枸橼酸铋钾，以铋(Bi)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　■本品内容物为白色颗粒或粉末。■[修订]

【鉴别】　取本品的细粉适量(约相当于铋220mg)，加水50ml，充分搅拌，使枸橼酸铋钾溶解，滤过，滤液照下述方法试验。

(1)取滤液1ml，加稀硫酸2～3滴酸化，加10%硫脲溶液数滴，即显深黄色。

(2)取滤液10ml，加高氯酸溶液(1→10)10滴，即发生白色沉淀。

(3)取滤液0.2ml，迅速加新配制的吡啶-醋酐(3∶1)5ml，初显黄色，渐变为红色或紫红色。

【检查】　应符合胶囊剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ E)。

【含量测定】　取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量(约相当于铋200mg)，加稀硝酸18ml，充分振摇，使枸橼酸铋钾溶解，加水50ml，混匀，加二甲酚橙指示液3滴，用乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)滴定至溶液显黄色。每1ml乙二胺四醋酸二钠滴定液(0.05mol/L)相当于10.45mg的铋(Bi)。

【类别】　同枸橼酸铋钾。

【规格】　0.3g(含铋110mg)

【贮藏】　遮光，密封，在干燥处保存。

精蛋白重组人胰岛素注射液

Jingdanbai Chongzu Ren Yidaosu Zhusheye

Isophane Protamine Recombinant Human Insulin Injection

本品为鱼精蛋白和重组人胰岛素的无菌混悬液，含重组

人胰岛素($C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

本品可加入适量的苯酚或间甲酚作抑菌剂。

【性状】 本品为白色或类白色的混悬液,振荡后应能均匀分散。在显微镜下观察,晶体呈棒状,绝大多数晶体不得小于 1μm,也不得大于 60μm,无聚合体存在。

【鉴别】 (1)取本品,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl 使其完全澄清,照重组人胰岛素项下的鉴别(1)项试验,显相同的结果。

(2)在苯酚或间甲酚检查项下记录的色谱图中,供试品溶液中苯酚峰或间甲酚峰的保留时间应与对照品溶液中苯酚峰或间甲酚峰的保留时间一致。

【检查】 **pH 值** 应为 6.9～7.8(附录Ⅵ H)。

有关物质 取本品,每 1ml 加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl 作为供试品溶液;取供试品溶液适量(约相当人胰岛素 70 μg)照重组人胰岛素项下色谱条件,除去苯酚峰或间甲酚峰与鱼精蛋白峰,按峰面积归一化法计算,A_{21}脱氨人胰岛素不得大于 2.0%,其他杂质峰面积之和不得大于 6.0%。

高分子蛋白质 取本品,每 1ml 加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl 作为供试品溶液;取供试品溶液 100μl,照重组人胰岛素项下方法检查,除去保留时间大于人胰岛素峰的其他峰面积,按峰面积归一化法计算,保留时间小于人胰岛素峰的所有峰面积之和不得大于 3.0%。

锌 取本品适量,每 1ml 加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl,使完全澄清。精密量取适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含锌 0.4～0.8μg 的溶液作为供试品溶液。照重组人胰岛素项下的方法检查,每 3.5mg 重组人胰岛素中含锌(Zn)量应为10～40μg。

上清液中的重组人胰岛素 取本品 10ml,1500g 离心 10 分钟,取上清液,每 1ml 加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl,混匀,作为供试品溶液;另精密量取含量测定项下的重组人胰岛素对照品溶液适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中约含 50μg 的溶液,作为对照品溶液。照重组人胰岛素含量测定项下的方法测定,上清液中含重组人胰岛素的量不得过 2.5%。

苯酚和间甲酚 取苯酚和间甲酚(纯度≥99.5%),精密称定,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释制成每 1ml 中各约含苯酚 0.06mg 与间甲酚 0.15mg 溶液,作为苯酚和间甲酚的混合对照溶液。取本品,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl,使其完全澄清。精密量取适量,用 0.01mol/L 盐酸溶液定量稀释成每 1ml 中约含苯酚 0.06mg,或间甲酚 0.15mg 的溶液,作为供试品溶液。照重组人胰岛素含量测定项下的色谱条件,检测波长为 270nm。取重组人胰岛素对照品适量,用混合对照溶液制成每 1ml 中含重组人胰岛素 1mg 的溶液,取 20μl 注入液相色谱仪,苯酚峰、间甲酚峰与人胰岛素峰的分离度应符合要求。精密量取混合对照溶液及供试品溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,按外标法以峰面积计算。■每 1ml 中含苯酚或间甲酚均应为标示量的 80.0%～110.0%■[修订]。

无菌 取本品,加 1%抗坏血酸无菌水溶液 100ml 混合,待溶液澄清后,用薄膜过滤法处理后依法检查(附录Ⅺ H),应符合规定。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每 1 单位重组人胰岛素中含内毒素的量应小于 0.80EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 取本品,每 1ml 中加 9.6mol/L 盐酸溶液 3μl,使其完全澄清,精密量取适量,加 0.01mol/L 盐酸溶液制成每 1ml 中含 0.35mg(10 单位)的溶液(临用新配),照重组人胰岛素项下方法测定。

【类别】 同重组人胰岛素。

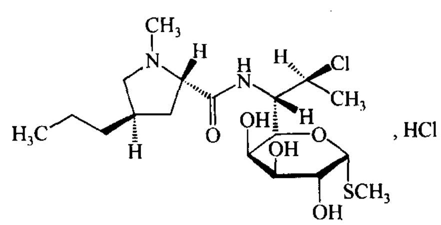
【规格】 (1)3ml : 300 单位(10.4mg) (2)10ml : 400 单位(13.9mg)

【贮藏】 密闭,在冷处保存,避免冰冻。

盐酸克林霉素

Yansuan Kelinmeisu

Clindamycin Hydrochloride



$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S \cdot HCl$ 461.44

本品为 6-(1-甲基-反-4-丙基-L-2-吡咯烷甲酰氨基)-1-硫代-7-氯-6,7,8-三脱氧-L-苏式-α-D-半乳辛吡喃糖甲苷盐酸盐。按无水物计算,含克林霉素($C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$)不得少于 83.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末;无臭。

本品在水中极易溶解,在甲醇或吡啶中易溶,在乙醇中微溶,在丙酮或三氯甲烷中几乎不溶。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 40mg 的溶液,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为 +135°至+150°。

【鉴别】 (1)取本品与克林霉素对照品适量,分别加甲醇制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,作为供试品溶液和对照品溶液;另取克林霉素对照品和林可霉素对照品适量,加甲醇制成每 1ml 中约含克林霉素 10mg 和林可霉素 10mg 的混合溶液,照薄层色谱法(附录Ⅴ B)试验,吸取上述三种溶液各 2μl,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以乙酸乙酯-甲酸(1.5 : 1)为展开剂,展开,晾干,置碘蒸气中显色。混合溶液应显示两个清晰分离的斑点。供试品溶液所显主斑点的位置和颜色应与对照品溶液的主斑点一致。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 352 图)一致。如发现在 1680～1050cm^{-1}处的吸收峰与对照的图谱不一致时,可取本品适量,加少量甲醇溶解后,在水浴上蒸干,减压干燥后测定。

(4)本品的水溶液显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

以上(1)、(2)两项可选做一项。

【检查】 **结晶性** 取本品,依法检查(附录Ⅸ D),应符合规定。

酸度 取本品,加水制成每 1ml 中含 0.1g 的溶液,依法检查(附录Ⅵ H),pH 值应为 3.0～5.5。

有关物质 取本品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 4.0mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中含 80μg 溶液,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,精密量取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%;再精密量取供试品溶液和对照溶液各 20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,■林可霉素(相对保留时间约为 0.4)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(1.0%),克林霉素 B(相对保留时间约为 0.65)峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%),7-差向克林霉素(相对保留时间约为 0.8)峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.75 倍(1.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.25 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(6.0%)。■[修订]

水分 取本品,照水分测定法(附录Ⅷ M 第一法 A)测定,含水分不得过 6.0%。

炽灼残渣 不得过 0.5%(附录Ⅷ N)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以磷酸二氢钾溶液(每 1ml 中含磷酸二氢钾 6.8mg,用 25% 的氢氧化钾溶液调节 pH 值至 7.5)-乙腈(55∶45)为流动相;检测波长为 210nm;取克林霉素对照品适量,加流动相溶解并稀释制成每 1ml 中含 4.0mg 的溶液,取 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图;克林霉素主峰的保留时间约为 10 分钟。克林霉素 B 峰(相对保留时间约为 0.65)与 7-差向克林霉素峰(相对保留时间约为 0.8)与克林霉素峰间的分离度均应大于 3.0。

测定法 取本品约 50mg,精密称定,置 50ml 量瓶中,加流动相溶解并稀释至刻度,摇匀,精密量取 20μl 注入液相色谱仪,记录色谱图;另取克林霉素对照品适量,同法测定。按外标法以峰面积计算 $C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$ 的含量。

【类别】 抗生素类药。

【贮藏】 密封保存。

【制剂】 盐酸克林霉素胶囊

盐酸格拉司琼注射液

Yansuan Gelasiqiong Zhusheye

Granisetron Hydrochloride Injection

本品为盐酸格拉司琼的灭菌水溶液。含盐酸格拉司琼按格拉司琼($C_{18}H_{24}N_4O$)计算,应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色或几乎无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定,在 302nm 的波长处有最大吸收,在 251nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH 值** 应为 4.5～7.0(附录Ⅵ H)。

■**有关物质** 取本品,用流动相稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液,作为供试品溶液。照盐酸格拉司琼有关物质项下的方法测定。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)。■[修订]

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每 1mg 格拉司琼中含内毒素的量应小于 20EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 精密量取本品适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 80μg 的溶液,照盐酸格拉司琼含量测定项下的方法测定,并将结果乘以 0.8955,即得。

【类别】 同盐酸格拉司琼。

【规格】 按 $C_{18}H_{24}N_4O$ 计 (1)1ml∶1mg (2)3ml∶3mg

【贮藏】 遮光,密闭保存。

盐酸氨溴索口服溶液

Yansuan Anxiusuo Koufurongye

Ambroxol Hydrochloride Oral Solution

本品含盐酸氨溴索($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$)应为标示量的 95.0%～105.0%。

【性状】 本品为无色至微黄色的澄清液体。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品适量,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释制成每 1ml

中约含盐酸氨溴索 30μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 308nm 的波长处有最大吸收。

【检查】 **相对密度** ■本品的相对密度(附录Ⅵ A)不得过 1.200(含糖型)。■[修订]

pH 值 应为 2.5～6.0(附录Ⅵ H)。

澄清度与颜色 本品应澄清无色；如显浑浊，与 1 号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，不得更浓；如显色，与黄色 2 号标准比色液(附录Ⅸ A 第一法)比较，不得更深。

其他 应符合口服溶液剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ O)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以 0.01mol/L 磷酸氢二铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 7.0)-乙腈(50∶50)为流动相；检测波长为 248nm。取盐酸氨溴索对照品约 5mg，加甲醇 0.2ml 溶解，再加甲醛溶液(1→100)40μl，摇匀，置 60℃水浴中加热 5 分钟，氮气吹干。残渣加水 5ml 溶解，用流动相稀释至 20ml，取 20μl 注入液相色谱仪，盐酸氨溴索峰与降解产物峰(相对保留时间约为 0.8)的分离度应大于 4.0。

测定法 精密量取本品适量(黏稠液体用内容量移液管量取)，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含盐酸氨溴索 30μg 的溶液，精密量取 20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸氨溴索对照品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 30μg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸氨溴索。

【规格】 (1)5ml∶15mg (2)10ml∶30mg (3)60ml∶180mg (4)100ml∶0.3g (5)100ml∶0.6g

【贮藏】 遮光，密封保存。

盐酸胺碘酮注射液

Yansuan Andiantong Zhusheye

Amiodarone Hydrochloride Injection

本品为盐酸胺碘酮的灭菌水溶液。含盐酸胺碘酮($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$)应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为淡黄色的澄明液体。

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品，加乙醇稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 242nm 的波长处有最大吸收，在 223nm 的波长处有最小吸收，242nm 波长处的吸光度与 223nm 波长处的吸光度比值应为 1.47～1.61。

(3)本品显氯化物的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **pH 值** 应为 2.5～4.0(附录Ⅵ H)。

■**有关物质** 取本品适量，用乙腈-水(1∶1)稀释制成每 1ml 中含盐酸胺碘酮 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用乙腈-水(1∶1)定量稀释制成每 1ml 中含盐酸胺碘酮 1μg 的溶液，作为对照溶液；另精密称取(2-丁基苯并呋喃-3-基)(4-羟基-3,5-二碘苯基)-甲酮(杂质Ⅰ)对照品约 16mg，加乙腈-水(1∶1)溶解并稀释制成每 1ml 中含 8μg 的溶液，作为对照品溶液。照盐酸胺碘酮有关物质项下的色谱条件，取对照溶液 10μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 10%。精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液色谱图中如有与杂质Ⅰ的保留时间一致的峰，按外标法以峰面积计算，不得过盐酸胺碘酮标示量的 1.6%；其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%)；其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2.5 倍(0.5%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.25 倍的峰忽略不计。■[修订]

细菌内毒素 取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每 1mg 盐酸胺碘酮中含内毒素的量应小于 1.0EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以缓冲溶液(取冰醋酸 3.0ml，加水 800ml，用氨试液调节 pH 值至 4.9，再加水稀释至 1000ml)-甲醇-乙腈(30∶30∶40)为流动相；检测波长为 240nm。理论板数按盐酸胺碘酮峰计算不低于 3000，盐酸胺碘酮峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取本品适量，用乙腈-水(1∶1)定量稀释制成每 1ml 中含盐酸胺碘酮 0.1mg 的溶液，精密量取 10μl，注入液相色谱仪，记录色谱图；另取盐酸胺碘酮对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同盐酸胺碘酮。

【规格】 (1)2ml∶150mg (2)3ml∶150mg

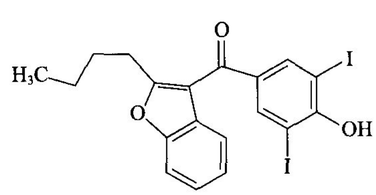
【贮藏】 遮光，密封保存。

■**附：**

杂质Ⅰ

(2-丁基苯并呋喃-3-基)(4-羟基-3,5-二碘苯基)-甲酮

(2-butylbenzofuran-3-yl)(4-hydroxy-3,5-diiodophenyl)methanone



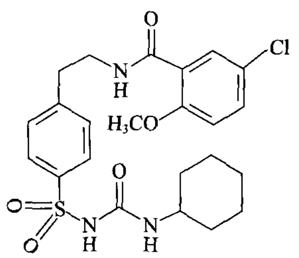
$C_{19}H_{16}O_3I_2$ 546.15

■[增订]

格列本脲

Geliebenniao

Glibenclamide



$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ 494.01

本品为 *N*-〔2-〔4-〔〔〔(环己氨基)羰基〕氨基〕磺酰基〕苯基〕乙基〕-2-甲氧基-5-氯苯甲酰胺。按干燥品计算，含 $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ 不得少于 99.0%。

【性状】 本品为白色结晶性粉末；几乎无臭，无味。

本品在三氯甲烷中略溶，在甲醇或乙醇中微溶，在水或乙醚中不溶。

熔点 ■本品的熔点(附录Ⅵ C)为 170～174℃。■[订正]

【鉴别】 (1)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(2)取本品，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 274nm 与 300nm 的波长处有最大吸收，在 272nm 与 278nm 的波长处有最小吸收。

(3)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集 307 图)一致。

(4)取本品约 0.1g 与硝酸钾 0.2g，混合，加热使炭化，然后灰化，放冷，残渣加水 10ml 使溶解，滤过，滤液显氯化物与硫酸盐(附录Ⅲ)的鉴别反应。

【检查】 **氯化物** 取本品 1.0g，加水 50ml，煮沸，迅速放冷，滤过，滤液加水使成 50ml，取 25ml，依法检查(附录Ⅷ A)，与标准氯化钠溶液 7.0ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.014%)。

硫酸盐 取上述氯化物项下剩余的滤液 25ml，依法检查(附录Ⅷ B)，与标准硫酸钾溶液 2.0ml 制成的对照液比较，不得更浓(0.040%)。

有关物质 取本品约 25mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加甲醇 25ml，超声处理使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取 4-〔2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基〕-苯磺酰胺(杂质Ⅰ)对照品与 4-〔2-(5-氯-2-甲氧基苯甲酰胺)-乙基〕-苯磺酰氨基-甲酸乙酯(杂质Ⅱ)对照品各 15mg，精密称定，置同一 50ml 量瓶中，加甲醇 10ml，超声处理使溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为混合杂质对照品贮备液；分别精密量取供试品溶液与混合杂质对照品贮备液各 1ml，置同一 100ml 量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使杂质Ⅰ色谱峰的峰高约为满量程的 15%，再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有保留时间与对照溶液中杂质Ⅰ与杂质Ⅱ相应的杂质峰，按外标法以峰面积计算，均不得过 0.6%，其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.5 倍(0.5%)。

干燥失重 取本品，在 105℃干燥至恒重，减失重量不得过 0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 取本品 1.0g，依法检查(附录Ⅷ N)，遗留残渣不得过 0.1%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查(附录Ⅷ H 第二法)，含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸二氢铵溶液(取磷酸二氢铵 1.725g，加水 300ml 溶解，用磷酸调节 pH 值至 3.5±0.05)-甲醇(3：5)为流动相；检测波长为 300nm。取有关物质项下的对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，各组分出峰顺序依次为杂质Ⅰ、杂质Ⅱ、格列本脲。理论板数按格列本脲峰计算不低于 5000，杂质Ⅰ与杂质Ⅱ峰的分离度应符合要求。

测定法 取本品约 10mg，精密称定，置 50ml 量瓶中，加甲醇 12ml，超声处理使格列本脲溶解，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取格列本脲对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 降血糖药。

【贮藏】 密闭保存。

【制剂】 格列本脲片

格列齐特片(Ⅱ)

Gelieqite Pian(Ⅱ)

Gliclazide Tablets(Ⅱ)

本品含格列齐特($C_{15}H_{21}N_3O_3S$)应为标示量的 93.0%～107.0%。

【性状】 本品为白色片。

【鉴别】 (1)取本品细粉适量(约相当于格列齐特 0.4g)，用三氯甲烷振摇提取 2 次，每次 10ml，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10μg 的溶液，照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A)测定，在 228nm 的波长处有最大吸收。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

(3)取本品细粉适量(约相当于格列齐特400mg),加二氯甲烷10ml,研磨溶解,滤过,滤液蒸干,残渣经减压干燥,依法测定。本品的红外光吸收图谱应与对照品图谱(光谱集629图)一致。

【检查】 **有关物质** 取本品细粉适量(约相当于格列齐特100mg),置100ml量瓶中,加乙腈约40ml使格列齐特溶解,用水稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取2ml,置100ml量瓶中,用40%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用40%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照格列齐特有关物质项下的方法测定,供试品溶液色谱图中如有杂质峰,单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.2%),各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(0.4%)。所有溶液均应临用新制。

溶出度 取本品,照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法),以磷酸盐缓冲液(pH 8.6)1000ml为溶出介质,转速为每分钟150转,依法操作,在60分钟与180分钟时,取溶液8ml,滤过,并即时在溶出杯中补充磷酸盐缓冲液(pH 8.6)8ml,续滤液作为供试品溶液;另取格列齐特对照品约20mg,精密称定,置250ml量瓶中,加溶出介质适量,置温水浴中振摇使格列齐特溶解,放冷,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,作为对照品溶液。精密量取供试品溶液与对照品溶液各5ml,分别置25ml量瓶中,用溶出介质稀释至刻度,摇匀,照紫外-可见分光光度法(附录Ⅳ A),在226nm的波长处分别测定吸光度,分别计算每片在上述两时间的溶出量。在60分钟与180分钟时的溶出量应分别相应为不得多于标示量的50%与不得少于标示量的75%,照释放度测定法(附录Ⅹ D第一法)进行结果判定,应符合规定。

其他 应符合片剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ A)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用辛烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以水-乙腈-三乙胺-三氟醋酸(60∶40∶0.1∶0.1)为流动相;检测波长为235nm。理论板数按格列齐特峰计算不低于3000,格列齐特峰与相邻杂质峰的分离度应符合要求。

测定法 ■取本品20片,精密称定,研细,精密称取细粉适量(约相当于格列齐特20mg),置100ml量瓶中,加40%乙腈溶液约60ml,超声处理15分钟使格列齐特溶解,用40%乙腈溶液稀释至刻度,摇匀,滤过,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图;另取格列齐特对照品约10mg,精密称定,置50ml量瓶中,加乙腈20ml使溶解,用水稀释至刻度,摇匀,同法测定,计算,即得。所有溶液均应临用新制。■[修订]

【类别】 同格列齐特。

【规格】 80mg

【贮藏】 遮光,密封保存。

注:磷酸盐缓冲液(pH 8.6)的制备

溶液A:取氢氧化钠42.0g,加除气水至5000ml,摇匀。

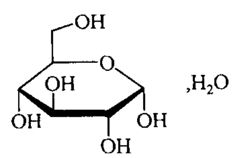
溶液B:取磷酸二氢钾136.0g,加除气水至5000ml,摇匀。

取2300ml溶液A与2500ml溶液B,加乙醇3150ml(无水乙醇3000ml)摇匀,再加除气水至10 000ml,摇匀,测pH值应为8.60±0.05,即得。

葡萄糖

Putaotang

Glucose



$C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$　198.17

本品为D-(+)-吡喃葡萄糖一水合物。

【性状】 本品为无色结晶或白色结晶性或颗粒性粉末;无臭,味甜。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶。

比旋度 取本品约10g,精密称定,置100ml量瓶中,加水适量与氨试液0.2ml,溶解后,用水稀释至刻度,摇匀,放置10分钟,在25℃时,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为+52.6°至+53.2°。

【鉴别】 (1)取本品约0.2g,加水5ml溶解后,缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液中,即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(2)取干燥失重项下的本品适量,依法测定,本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集702图)一致。

【检查】 **酸度** 取本品2.0g,加水20ml溶解后,加酚酞指示液3滴与氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.20ml,应显粉红色。

溶液的澄清度与颜色 取本品5.0g,加热水溶解后,放冷,用水稀释至10ml,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,不得更浓;如显色,与对照液(取比色用氯化钴液3.0ml、比色用重铬酸钾液3.0ml与比色用硫酸铜液6.0ml,加水稀释成50ml)1.0ml加水稀释至10ml比较,不得更深。

乙醇溶液的澄清度 取本品1.0g,加乙醇20ml,置水浴上加热回流约40分钟,溶液应澄清。

氯化物 取本品0.60g,依法检查(附录Ⅷ A),与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取本品2.0g,依法检查(附录Ⅷ B),与标准硫酸钾溶液2.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.01%)。

亚硫酸盐与可溶性淀粉 取本品1.0g,加水10ml溶解后,加碘试液1滴,应即显黄色。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量为7.5%~9.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 不得过0.1%(附录Ⅷ N)。

蛋白质 取本品1.0g,加水10ml溶解后,加磺基水杨酸溶液(1→5)3ml,不得发生沉淀。

钡盐 取本品2.0g，加水20ml溶解后，溶液分成两等份，一份中加稀硫酸1ml，另一份中水1ml，摇匀，放置15分钟，两液均应澄清。

钙盐 取本品1.0g，加水10ml溶解后，加氨试液1ml与草酸铵试液5ml，摇匀，放置1小时，如发生浑浊，与标准钙溶液[精密称取碳酸钙0.1250g，置500ml量瓶中，加水5ml与盐酸0.5ml使溶解，用水稀释至刻度，摇匀。每1ml相当于0.1mg的钙(Ca)]1.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.01%)。

铁盐 取本品2.0g，加水20ml溶解后，加硝酸3滴，缓慢煮沸5分钟，放冷，用水稀释制成45ml，加硫氰酸铵溶液(30→100)3.0ml，摇匀，如显色，与标准铁溶液2.0ml用同一方法制成的对照液比较，不得更深(0.001%)。

重金属 取本品4.0g，加水23ml溶解后，加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml，依法检查(附录Ⅷ H第一法)，含重金属不得过百万分之五。

砷盐 取本品2.0g，加水5ml溶解后，加稀硫酸5ml与溴化钾溴试液0.5ml，置水浴上加热约20分钟，使保持稍过量的溴存在，必要时，再补加溴化钾溴试液适量，并随时补充蒸散的水分，放冷，加盐酸5ml与水适量使成28ml，依法检查(附录Ⅷ J第一法)，应符合规定(0.0001%)。

微生物限度 取本品10g，用pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液制成1∶10的供试液。

细菌数、霉菌和酵母菌数 取供试液，依法检查(附录Ⅺ J平皿法)，每1g供试品中细菌数不得过1000cfu，霉菌和酵母菌总数不得过100cfu。

大肠埃希菌 取1∶10的供试液10ml，依法检查(附录Ⅺ J)，不得检出。

【类别】 营养药。

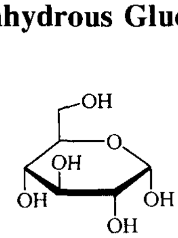
【贮藏】 密封保存。

【制剂】 (1)葡萄糖注射液 ■(2)葡萄糖粉剂■[增订] (3)葡萄糖氯化钠注射液 (4)复方乳酸钠葡萄糖注射液

无水葡萄糖

Wushui Putaotang

Anhydrous Glucose



$C_6H_{12}O_6$ 180.16

本品为D-(+)-吡喃葡萄糖。

【性状】 本品为无色结晶或白色结晶性或颗粒性粉末；无臭，味甜。

本品在水中易溶，在乙醇中微溶。

比旋度 取本品约10g，精密称定，置50ml量瓶中，加水适量与氨试液2.0ml溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，放置60分钟，在25℃时依法测定(附录Ⅵ E)，比旋度为+52.6°至+53.2°。

【鉴别】 (1)取本品约0.2g，加水5ml溶解后，缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集702图)一致。

【检查】 **酸度** 取本品2.0g，加水20ml溶解后，加酚酞指示液3滴与氢氧化钠滴定液(0.02mol/L)0.20ml，应显粉红色。

溶液的澄清度与颜色 取本品5.0g，加热水溶解后，放冷，用水稀释至10ml，溶液应澄清无色；如显浑浊，与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较，不得更浓；如显色，与对照液(取比色用氯化钴液3.0ml、比色用重铬酸钾液3.0ml与比色用硫酸铜液6.0ml，用水稀释成50ml)1.0ml用水稀释至10ml比较，不得更深。

乙醇溶液的澄清度 取本品1.0g，加乙醇20ml，置水浴上加热回流约40分钟，溶液应澄清。

氯化物 取本品0.60g，依法检查(附录Ⅷ A)，与标准氯化钠溶液6.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.01%)。

硫酸盐 取本品2.0g，依法检查(附录Ⅷ B)，与标准硫酸钾溶液2.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.01%)。

亚硫酸盐与可溶性淀粉 取本品1.0g，加水10ml溶解后，加碘试液1滴，应即显黄色。

干燥失重 取本品，在105℃干燥至恒重，减失重量不得过1.0%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 不得过0.1%(附录Ⅷ N)。

蛋白质 取本品1.0g，加水10ml溶解后，加磺基水杨酸溶液(1→5)3ml，不得发生浑浊或沉淀。

钡盐 取本品2.0g，加水20ml溶解后，溶液分成两等份，一份中加稀硫酸1ml，另一份中水1ml，摇匀，放置15分钟，两液均应澄清。

钙盐 取本品1.0g，加水10ml溶解后，加氨试液1ml与草酸铵试液5ml，摇匀，放置1小时，如发生浑浊，与标准钙溶液[精密称取碳酸钙0.1250g，置500ml量瓶中，加水5ml与盐酸0.5ml使溶解，用水稀释至刻度，摇匀。每1ml相当于0.1mg的钙(Ca)]1.0ml制成的对照液比较，不得更浓(0.01%)。

铁盐 取本品2.0g，加水20ml溶解后，加硝酸3滴，缓慢煮沸5分钟，放冷，用水稀释制成45ml，加硫氰酸铵溶液(30→100)3.0ml，摇匀，如显色，与标准铁溶液2.0ml用同一方法制成的对照液比较，不得更深(0.001%)。

重金属 取本品5.0g，加水23ml溶解后，加醋酸盐缓冲液(pH 3.5)2ml，依法检查(附录Ⅷ H第一法)，含重金属不得过百万分之四。

砷盐 取本品2.0g，加水5ml溶解后，加稀硫酸5ml与溴化钾溴试液0.5ml，置水浴上加热约20分钟，使保持稍过量的溴存在，必要时，再补加溴化钾溴试液适量，并随时补充蒸散的水分，放冷，加盐酸5ml与水适量使成28ml，依法检查(附录Ⅷ J第一法)，应符合规定(0.0001%)。

微生物限度　取本品10g，用pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液制成1∶10的供试液。

细菌数、霉菌和酵母菌数　取供试液，依法检查（附录Ⅺ J平皿法），每1g供试品中细菌数不得过1000cfu，霉菌和酵母菌总数不得过100cfu。

大肠埃希菌　取1∶10的供试液10ml，依法检查（附录Ⅺ J），不得检出。

【类别】　营养药。

【贮藏】　密封保存。

【制剂】　（1）葡萄糖注射液　■（2）葡萄糖粉剂■[增订]　（3）葡萄糖氯化钠注射液　（4）复方乳酸钠葡萄糖注射液

葡萄糖氯化钠注射液

Putaotang Lühuana Zhusheye

Glucose and Sodium Chloride Injection

本品为葡萄糖或无水葡萄糖与氯化钠的灭菌水溶液。含葡萄糖（$C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$）与氯化钠（NaCl）均应为标示量的95.0%～105.0%。

【性状】　本品为无色的澄明液体。

【鉴别】　（1）取本品，缓缓滴入微温的碱性酒石酸铜试液中，即生成氧化亚铜的红色沉淀。

（2）本品显钠盐与氯化物的鉴别反应（附录Ⅲ）。

【检查】　**pH值**　应为3.5～5.5（附录Ⅵ H）。

5-羟甲基糠醛　精密量取本品适量（约相当于葡萄糖0.1g），置50ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A）在284nm的波长处测定，吸光度不得大于0.25。

重金属　取本品适量（约相当于葡萄糖3g），必要时，蒸发至约20ml，放冷，加醋酸盐缓冲液（pH 3.5）2ml与水适量使成25ml，依法检查（附录Ⅷ H第一法），含重金属不得过百万分之五。

无菌　取本品，采用薄膜过滤法，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查（附录Ⅺ H），应符合规定。

细菌内毒素　取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每1ml中含内毒素的量应小于0.50EU。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】　**葡萄糖**　■取本品，在25℃时，依法测定旋光度（附录Ⅵ E）与2.0852相乘■[修订]，即得供试量中含有$C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$的重量（g）。

氯化钠　精密量取本品10ml（含氯化钠0.9%），加水40ml或精密量取本品50ml（含氯化钠0.18%），加2%糊精溶液5ml、2.5%硼砂溶液2ml与荧光黄指示液5～8滴，用硝酸银滴定液（0.1mol/L）滴定。每1ml硝酸银滴定液（0.1 mol/L）相当于5.844mg的NaCl。

【类别】　体液补充药。

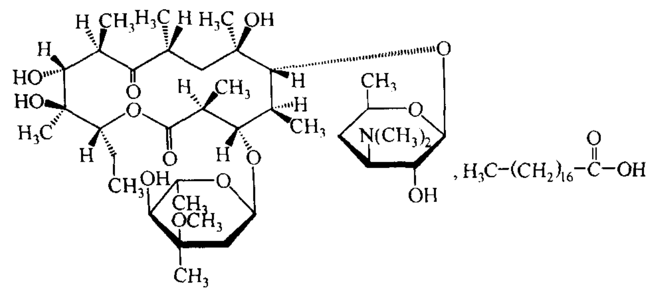
【规格】　（1）50ml∶葡萄糖4g与氯化钠0.09g　（2）100ml∶葡萄糖5g与氯化钠0.9g　（3）100ml∶葡萄糖8g与氯化钠0.18g　（4）100ml∶葡萄糖10g与氯化钠0.9g　（5）250ml∶葡萄糖12.5g与氯化钠2.25g　（6）250ml∶葡萄糖20g与氯化钠0.45g　（7）250ml∶葡萄糖25g与氯化钠2.25g　（8）500ml∶葡萄糖25g与氯化钠4.5g　（9）500ml∶葡萄糖50g与氯化钠4.5g　（10）1000ml∶葡萄糖50g与氯化钠9g

【贮藏】　密闭保存。

硬脂酸红霉素

Yingzhisuan Hongmeisu

Erythromycin Stearate



$C_{37}H_{67}NO_{13} \cdot C_{18}H_{36}O_2$　1018.42

本品为红霉素的硬脂酸盐及过量的硬脂酸。按无水物计算，每1mg的效价不得少于550红霉素单位。

【性状】　本品为白色或类白色的结晶或粉末；无臭，味微苦。

本品在甲醇、乙醇或三氯甲烷中溶解，在丙酮中微溶，在水中几乎不溶。

【鉴别】　（1）取本品3mg，加丙酮2ml，溶解后，加盐酸2ml，即显橙黄色，渐变为紫红色，再加三氯甲烷2ml，振摇，三氯甲烷层显蓝色。

（2）在红霉素A组分项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与标准品溶液主峰的保留时间一致。

（3）取本品约0.1g，加2mol/L盐酸溶液5ml及水10ml，缓缓加热至沸，表面有油珠浮起，冷却，取出脂肪层，加0.1mol/L氢氧化钠溶液3ml，加热至沸，放冷，溶液成白色胶体。加沸水10ml使胶体溶解（必要时可加热），振摇产生泡沫。取此溶液约1ml，滴加10%氯化钙溶液3～4滴，加热振摇产生粒状沉淀。此沉淀不溶于盐酸。

【检查】　**游离硬脂酸**　取本品约0.4g，精密称定，加预先用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）中和至酚酞指示液刚显红色的乙醇50ml使溶解，加酚酞指示液1～2滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，至溶液由无色变为微红色，计算出每1g供试品消耗氢氧化钠滴定液（0.1 mol/L）的量（ml），减去滴定硬脂酸红霉素时每1g供试品消耗高氯酸滴定液（0.1mol/L）的量（ml），每1ml差值相当于28.45mg的$C_{18}H_{36}O_2$。按无水物计算，含硬脂酸（$C_{18}H_{36}O_2$）不得过14.0%。

硬脂酸红霉素 取本品约0.5g，精密称定，■加二氯甲烷30ml，振摇使溶解，滤过，残渣用二氯甲烷提取3次，每次加二氯甲烷25ml，提取液滤过，用二氯甲烷洗涤滤纸■[修订]，合并滤液和洗液，置水浴上蒸发浓缩至约30ml，加入预先用高氯酸滴定液(0.1mol/L)中和的无水冰醋酸50ml，以结晶紫为指示液，再用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定至溶液由紫色变为蓝绿色。每1ml高氯酸滴定液(0.1mol/L)按无水物计算，相当于101.8mg的$C_{37}H_{67}NO_{13}\cdot C_{18}H_{36}O_2$，不得少于77.0%。

硬脂酸钠 取本品2.0g，照炽灼残渣项下的方法(附录Ⅷ N)检查，每1g残渣相当于4.317g的$C_{18}H_{35}NaO_2$，不得过6.0%。

游离硬脂酸、硬脂酸红霉素与硬脂酸钠 三项总和，按无水物计算，应为98.0%～103.0%。

红霉素B、C组分及有关物质 取本品，加甲醇适量(10mg加甲醇1ml)溶解后，用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15：1)定量稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取供试品溶液5ml，置100ml量瓶中，用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15：1)稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照红霉素A组分项下的色谱条件，取对照溶液20μl注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的50%，精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主峰保留时间的5倍。红霉素B按校正后的峰面积计算(乘以校正因子0.7)和红霉素C峰面积均不得大于对照溶液主峰面积(5.0%)。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，■除乳糖酸(约为2分钟)、硬脂酸与棕榈酸外(必要时可用乳糖酸、硬脂酸与棕榈酸进行定位)，■[修订]红霉素烯醇醚和杂质1按校正后的峰面积计算(分别乘以校正因子0.09、0.15)和其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液主峰面积的0.6倍(3.0%)；其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(5.0%)，供试品溶液(供试品溶液应临用前新配)色谱图中任何小于对照溶液主峰面积0.01倍的峰可忽略不计。

水分 取本品适量(约相当于红霉素0.2g)，加10%的咪唑无水甲醇溶液使溶解，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法A)测定，含水分不得过4.0%。

红霉素A组分 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；以磷酸盐溶液(取磷酸氢二钾8.7g，加水1000ml，用20%磷酸调节pH值至8.2)-乙腈(40：60)为流动相；柱温35℃；波长为215nm。取红霉素标准品适量，130℃加热破坏4小时加甲醇适量(10mg加甲醇1ml)溶解后，用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15：1)稀释制成每1ml中约含4mg的溶液，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图至红霉素A保留时间的5倍。按红霉素C、红霉素A、杂质1、红霉素B、红霉素烯醇醚峰的顺序出峰(必要时，用红霉素C、红霉素B、红霉素烯醇醚对照品进行峰定位)。红霉素A峰与红霉素烯醇醚峰的分离度应大于14.0，红霉素A峰的拖尾因子应小于2.0。

测定法 取本品约0.2g和红霉素的标准品约0.1g，精密称定，分别加甲醇5ml溶解，用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15：1)定量稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，分别作为供试品溶液和标准品溶液；精密量取供试品溶液与标准品溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算供试品中红霉素A的含量。■按无水物计算，不得少于硬脂酸红霉素含量的63.4%。■[修订]

【含量测定】 精密称取本品适量，加乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中含1000单位的溶液，放置2小时以上，另取红霉素标准品适量，精密称定，加乙醇溶解并定量稀释制成每1ml中含1000单位的溶液，照抗生素微生物检定法红霉素项下(附录Ⅺ A管碟法或浊度法)测定。1000红霉素单位相当于1mg的$C_{37}H_{67}NO_{13}$。可信限率不得大于7%。

【类别】 大环内酯类抗生素。

【贮藏】 遮光，密封，在干燥处保存。

【制剂】 (1)硬脂酸红霉素片 (2)硬脂酸红霉素胶囊 (3)硬脂酸红霉素颗粒

硬脂酸红霉素片

Yingzhisuan Hongmeisu Pian

Erythromycin Stearate Tablets

本品含硬脂酸红霉素按红霉素($C_{37}H_{67}NO_{13}$)计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】 本品为糖衣片或薄膜衣片，除去包衣后显白色或类白色。

【鉴别】 (1)取本品，研细，照硬脂酸红霉素项下的鉴别(1)项试验，显相同的反应。

■(2)取本品细粉与红霉素标准品各适量，照红霉素B、C组分及有关物质项下的方法溶解并稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，滤过，分别作为供试品溶液与标准品溶液，试验。在记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与标准品溶液主峰的保留时间一致。■[修订]

(3)取本品，研细，加■二氯甲烷■[修订]10ml，研磨，使硬脂酸红霉素溶解，滤过，滤液置水浴上蒸干，残渣照硬脂酸红霉素项下的鉴别(3)项试验，显相同的反应。

【检查】 **红霉素B、C组分及有关物质** 取本品，研细，精密称取适量，加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中含红霉素20mg的溶液，滤过，精密量取续滤液适量，用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15：1)定量稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，作为供试品溶液；照硬脂酸红霉素项下的方法测定，应符合规定。

溶出度 取本品，照溶出度测定法(附录Ⅹ C第一法)，以盐酸溶液(9→1000)900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经45分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含红霉素55μg的溶

液；另取本品10片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于平均片重），置1000ml量瓶中，加溶出介质溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含红霉素55μg的溶液。精密量取上述两种溶液各5ml，分别精密加硫酸溶液（75→100）5ml，混匀，放置约45分钟，放冷，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在482nm的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为75%，应符合规定。

■**红霉素A组分**　取本品20片，除去包衣，研细，精密称取适量（约相当于红霉素0.1g），加甲醇5ml溶解，用磷酸盐缓冲液（pH 7.0）-甲醇（15：1）定量稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液，照硬脂酸红霉素项下的方法测定，按标示量计算，红霉素A的含量不得少于83.5%。■[删除]

其他　应符合片剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ A）。

【含量测定】　取本品10片，精密称定，研细，精密称取适量，加乙醇使硬脂酸红霉素溶解；如为糖衣片，取本品4片，研细，加乙醇分次研磨，使硬脂酸红霉素溶解，用乙醇定量稀释制成每1ml中约含1000单位的溶液，摇匀，静置2小时以上，精密量取上清液适量，照硬脂酸红霉素项下的方法测定，即得。

【类别】　同硬脂酸红霉素。

【规格】　按$C_{37}H_{67}NO_{13}$计算　（1）0.05g（5万单位）　（2）0.125g（12.5万单位）　（3）0.25g（25万单位）

【贮藏】　遮光，密封，在干燥处保存。

硬脂酸红霉素胶囊

Yingzhisuan Hongmeisu Jiaonang

Erythromycin Stearate Capsules

本品含硬脂酸红霉素按红霉素（$C_{37}H_{67}NO_{13}$）计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

■**【鉴别】**　（1）取本品内容物与红霉素标准品各适量，照红霉素B、C组分及有关物质项下的方法溶解并稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，滤过，分别作为供试品溶液与标准品溶液，试验。在记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与标准品溶液主峰的保留时间一致。

（2）取本品的内容物，照硬脂酸红霉素项下的鉴别（1）、（3）项鉴别试验，显相同的反应。■[修订]

【检查】　**红霉素B、C组分及有关物质**　取本品的内容物适量，精密称取适量，加甲醇溶解并定量稀释制成每1ml中含红霉素20mg的溶液，滤过，精密量取续滤液适量，用磷酸盐缓冲液（pH 7.0）-甲醇（15：1）定量稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，作为供试品溶液；照硬脂酸红霉素项下的方法测定，应符合规定。

水分　取本品的内容物适量（约相当于红霉素0.2g），加10%的咪唑无水甲醇溶液使溶解，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法A）测定，含水分不得过4.0%。

溶出度　取本品，照溶出度测定法（附录Ⅹ C第一法），以盐酸溶液（9→1000）900ml为溶出介质，转速为每分钟100转，依法操作，经45分钟时，取溶液适量，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含红霉素55μg的溶液；另取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于平均装量），置1000ml量瓶中，用溶出介质溶解并稀释至刻度，摇匀，滤过，精密量取续滤液适量，用溶出介质定量稀释制成每1ml中约含红霉素55μg的溶液。精密量取上述两种溶液各5ml，分别精密加硫酸溶液（75→100）5ml，混匀，放置45分钟，放冷，照紫外-可见分光光度法（附录Ⅳ A），在482nm的波长处分别测定吸光度，计算每片的溶出量。限度为75%，应符合规定。

■**红霉素A组分**　取本品内容物适量，研细，精密称取适量（约相当于红霉素0.1g），加甲醇5ml溶解，用磷酸盐缓冲液（pH 7.0）-甲醇（15：1）定量稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，滤过，取续滤液作为供试品溶液，照硬脂酸红霉素项下的方法测定，按标示量计算，红霉素A的含量不少于83.5%。■[删除]

其他　应符合胶囊剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ E）。

【含量测定】　取装量差异项下的内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于红霉素0.1g），加乙醇使硬脂酸红霉素溶解并定量稀释制成每1ml中约含1000单位的溶液，摇匀，静置2小时以上，精密量取上清液适量，照硬脂酸红霉素项下的方法测定，即得。

【类别】　同硬脂酸红霉素。

【规格】　按$C_{37}H_{67}NO_{13}$计算　（1）0.1g（10万单位）　（2）0.125g（12.5万单位）

【贮藏】　遮光，密封，在干燥处保存。

硬脂酸红霉素颗粒

Yingzhisuan Hongmeisu Keli

Erythromycin Stearate Granules

本品含硬脂酸红霉素按红霉素（$C_{37}H_{67}NO_{13}$）计算，应为标示量的90.0%～110.0%。

【性状】　本品为混悬颗粒；气芳香，味甜。

【鉴别】　（1）取本品细粉适量（约相当于红霉素3mg），加丙酮3ml溶解，滤过，滤液加盐酸2ml，即显橙黄色，渐变为紫红色，再加三氯甲烷2ml，振摇，三氯甲烷层显紫色。

■（2）取本品细粉与红霉素标准品各适量，照红霉素B、C组分及有关物质项下的方法，溶解并稀释制成每1ml中约含红霉素4mg的溶液，滤过，分别作为供试品溶液与标准品溶液，试验。在记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应

与标准品溶液主峰的保留时间一致。■[增订]

(3)取本品约3g,置离心管内,加适量水搅拌使成混悬液,离心,弃去上清液,沉淀加适量水洗涤离心3次,取沉淀,加稀盐酸3.5ml与水10ml,混和,缓慢加热至沸,待有油珠浮起,放冷,取脂肪层,加0.4%氢氧化钠溶液3ml,加热至沸,放冷,则溶液成白色胶体,加沸水10ml,振摇,即产生泡沫,分取1ml,加氯化钙试液3~4滴,产生粒状沉淀,此沉淀不溶于盐酸。

【检查】 **酸碱度** 取本品适量,加水制成每1ml中约含0.1mg的混悬液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为6.0~9.0。

■**红霉素B、C组分及有关物质** 取本品内容物适量,研细,精密称取适量(约相当于红霉素0.1g),加甲醇50ml,超声5分钟使溶解,用磷酸盐缓冲盐(pH 7.0)-甲醇(15:1)定量稀释制成每1ml中约含红霉素1mg的溶液,滤过,取续滤液作为供试品溶液;精密量取供试品溶液5ml,置100ml量瓶中,用磷酸盐缓冲液(pH 7.0)-甲醇(15:1)稀释到刻度,摇匀,作为对照溶液。照硬脂酸红霉素项下的方法测定,供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除溶剂及辅料峰(约为3分钟)外,应符合规定。■[增订]

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过2.0%(附录Ⅷ L)。

其他 应符合颗粒剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ N)。

【含量测定】 取装量差异项下的内容物,混合均匀,精密称取适量(约相当于红霉素0.1g),加乙醇溶解后,用灭菌水定量制成每1ml中约含1000单位的溶液,摇匀,静置2小时以上,精密量取上清液适量,照硬脂酸红霉素项下的方法测定,即得。

【类别】 同硬脂酸红霉素。

【规格】 50mg(5万单位)(按$C_{37}H_{67}NO_{13}$计算)

【贮藏】 遮光,密封,在干燥处保存。

注射用硝普钠

Zhusheyong Xiaopuna

Sodium Nitroprusside for Injection

本品为硝普钠的无菌冻干品。■按平均装量计算,■[删除]含硝普钠以无水物[$Na_2Fe(CN)_5NO$]计算,应为标示量的90.0%~110.0%。

【性状】 本品为粉红色■粉末或疏松块状物■[修订]。水溶液放置不稳定,光照射下加速分解。

【鉴别】 取本品,照硝普钠项下的鉴别试验,显相同的反应。

【检查】 **酸度** 取本品2支,加水10ml溶解后,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.0~7.0 。

氰化物 取本品5支(约相当于硝普钠0.25g),依法检查(附录Ⅷ F第二法),与标准氰化钾溶液1.0ml所得的结果相比较,应符合规定(0.0008%)。

铁氰化物与亚铁氰化物 取本品,照硝普钠项下的方法检查,应符合规定。

水分 取本品适量,照水分测定法(附录Ⅷ M第一法)测定,含水分不得过■5.0%■[修订]。

细菌内毒素 取本品,依法检查(附录Ⅺ E),每1mg硝普钠中含内毒素的量应小于8.3EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用苯基键合硅胶为填充剂;以含0.34%硫酸氢四丁基铵与0.284%无水磷酸氢二钠的溶液(用磷酸调节pH值至6.0)-甲醇(50:50)为流动相;检测波长为254nm。取硝普钠对照品与铁氰化钾适量,加水溶解制成每1ml中约含硝普钠与铁氰化钾各0.01mg的混合溶液,取20μl注入液相色谱仪,理论板数按硝普钠峰计算不低于4000,硝普钠峰与铁氰化钾峰的分离度应大于4.0。

测定法 取本品5瓶,加水使内容物溶解,并定量转移至250ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取5ml,置50ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,精密量取20μl,注入液相色谱仪,记录色谱图;另取硝普钠对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.1mg的溶液,同法测定。按外标法以峰面积计算,即得。

【类别】 同硝普钠。

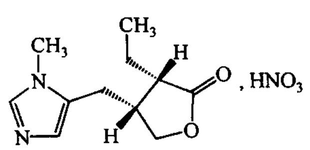
【规格】 50mg(相当于无水物43.96mg)

【贮藏】 遮光,密闭保存。

硝酸毛果芸香碱

Xiaosuan Maoguoyunxiangjian

Pilocarpine Nitrate



$C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HNO_3$ 271.27

本品为4-[(1-甲基-1*H*-咪唑-5-基)甲基]-3-乙基二氢-2(3*H*)-呋喃酮硝酸盐。按干燥品计算,含$C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HNO_3$不得少于99.0%。

【性状】 本品为无色结晶或白色结晶性粉末;无臭;遇光易变质。

本品在水中易溶,在乙醇中微溶,在三氯甲烷或乙醚中不溶。

熔点 本品的熔点(附录Ⅵ C)为174~178℃,熔融时同时分解。

比旋度 取本品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每1ml中约含0.10g的溶液,依法测定(附录Ⅵ E),比旋度为

+80°至+83°。

【鉴别】 (1)取本品约10mg,加水2ml溶解后,依次加入重铬酸钾试液2滴、过氧化氢试液1ml与三氯甲烷2ml,振摇,三氯甲烷层即显紫色。

(2)本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱(光谱集472图)一致。

(3)本品的水溶液显硝酸盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】 **酸碱度** 取本品1.0g,加水20ml溶解后,分成二份:一份中加甲基红指示液1滴,应显红色;另一份中加溴酚蓝指示液2滴,应显蓝色。

溶液的澄清度与颜色 取本品0.5g,加新沸放冷的水10ml使溶解,溶液应澄清无色;如显浑浊,与1号浊度标准液(附录Ⅸ B)比较,不得更浓;如显色,与黄色1号标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较,不得更深。

氯化物 取本品0.10g,加水5ml溶解后,加稀硝酸使成酸性,再加硝酸银试液数滴,不得即时发生浑浊。

■**有关物质** 取本品适量,精密称定,加水溶解并稀释制成每1ml中含1mg的溶液,作为供试品溶液;精密量取适量,用水定量稀释制成每1ml中含5μg的溶液作为对照溶液。照高效液相色谱法(附录Ⅴ D),用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(建议含碳量不低于19%);以甲醇-乙腈-0.002mol/L氢氧化四丁基铵溶液(55:60:885)(用20%磷酸溶液调节pH值至7.7)为流动相;检测波长220nm。取硝酸毛果芸香碱与硝酸异毛果芸香碱对照品各适量,加水溶解并稀释制成每1ml中分别含1mg与5μg的溶液,作为系统适用性试验溶液;另量取供试品溶液5ml,加浓氨溶液0.1ml,水浴上加热30分钟,放冷,用水稀释至25ml,摇匀,量取3ml,用水稀释至25ml,摇匀,作为毛果芸香酸定位用溶液。量取系统适用性试验溶液20μl注入液相色谱仪,记录色谱图。异毛果芸香碱峰与毛果芸香碱峰的分离度应符合要求。取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%;再精密量取对照溶液、供试品溶液与毛果芸香酸定位用溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如显异毛果芸香碱峰,其峰面积不得大于对照溶液主峰面积的2倍(1.0%);如显毛果芸香酸峰,其峰面积与异毛果芸香碱峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(1.5%);如显其他杂质峰(除硝酸根峰外),峰面积之和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。■[增订]

■**其他生物碱** 取本品0.2g,加水20ml溶解后,分成两份:一份中加氨试液数滴,另一份中加重铬酸钾试液数滴,均不得发生浑浊。■[删除]

易炭化物 取本品10mg,加硫酸1ml与硝酸0.5ml使溶解,溶液应无色。

干燥失重 取本品,在105℃干燥至恒重,减失重量不得过0.5%(附录Ⅷ L)。

炽灼残渣 不得过0.1%(附录Ⅷ N)。

【含量测定】 取本品约0.2g,精密称定,加冰醋酸30ml,微热使溶解,放冷,照电位滴定法(附录Ⅶ A),用高氯酸滴定液(0.1mol/L)滴定,并将滴定的结果用空白试验校正。每1ml高氯酸滴定液(0.1mol/L)相当于27.13mg的$C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HNO_3$。

【类别】 缩瞳药。

【贮藏】 遮光,密封保存。

【制剂】 硝酸毛果芸香碱滴眼液

硝酸毛果芸香碱滴眼液

Xiaosuan Maoguoyunxiangjian Diyanye

Pilocarpine Nitrate Eye Drops

本品含硝酸毛果芸香碱($C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HNO_3$)应为标示量的90.0%~110.0%。

本品可加适量的抑菌剂。

【性状】 本品为无色的澄明液体。

【鉴别】 (1)取本品,照硝酸毛果芸香碱项下的鉴别(1)、(3)项试验,显相同的反应。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中,供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH值** 应为4.0~6.0(附录Ⅵ H)。

■**有关物质** 取含量测定项下溶液,作为供试品溶液;精密量取供试品溶液1ml置100ml量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件,量取对照溶液20μl注入液相色谱仪,调节检测灵敏度,使主成分色谱峰的峰高约为满量程的20%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。供试品溶液的色谱图中如显毛果芸香酸峰,其峰面积不得过对照溶液主峰面积的4倍(4.0%),其他杂质峰面积的和不得过对照溶液主峰面积的1.5倍(1.5%)。■[增订]

渗透压摩尔浓度 取本品,依法检查(附录Ⅸ G),渗透压摩尔浓度应为280~330mOsmol/kg。

其他 应符合眼用制剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ G)。

■**【含量测定】** 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-乙腈-0.002mol/L氢氧化四丁基铵溶液(55:60:885)(用20%磷酸溶液调节pH值至7.7)为流动相;检测波长220nm。量取对照品溶液5ml,加浓氨溶液0.1ml,水浴上加热30分钟,放冷,用水稀释至25ml,摇匀,量取3ml,用水稀释至25ml,摇匀,作为毛果芸香酸定位用溶液,精密量取20μl注入液相色谱仪,记录色谱图。毛果芸香酸峰与毛果芸香碱峰的分离度应符合要求。

测定法 精密量取本品适量,用水稀释制成每1ml中含硝酸毛果芸香碱1.0mg的溶液,作为供试品溶液,精密量取

20μl注入液相色谱仪，记录色谱图；另取硝酸芸香碱对照品适量，精密称定，用水定量稀释制成每1ml中含硝酸毛果芸香碱1.0mg的溶液，作为对照品溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。■[修订]

【类别】 同硝酸毛果芸香碱。

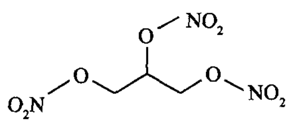
【规格】 (1)5ml：25mg (2)5ml：100mg (3)10ml：50mg (4)10ml：100mg (5)10ml：200mg

【贮藏】 遮光，密封，在凉暗处保存。

硝酸甘油溶液

Xiaosuan Ganyou Rongye

Nitroglycerin Solution



$C_3H_5N_3O_9$ 227.09

本品为硝酸甘油的无水乙醇溶液。含硝酸甘油($C_3H_5N_3O_9$)应为9.0%～11.0%(g/ml)。

【性状】 本品为无色的澄清液体；有乙醇的特臭。

相对密度 本品的相对密度(附录Ⅵ A)为0.835～0.850。

【鉴别】 (1)取本品1ml，置蒸发皿中，加氢氧化钠试液0.5ml，混匀，置水浴上使乙醇挥发，并浓缩至约0.2ml，放冷，分取约0.1ml，加硫酸1～2滴，摇匀，加二苯胺试液1滴，即显深蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **pH值** 取本品1.0ml，加水至20ml，加饱和氯化钾溶液2滴，混匀，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为4.5～6.5。

有关物质 精密量取本品适量，用流动相稀释制成每1ml中约含硝酸甘油1mg的溶液，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测定项下的色谱条件，取对照溶液20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的25%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，除乙醇峰外，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的3倍(3.0%)。

【含量测定】 照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

■**色谱条件与系统适用性试验** 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(推荐Venusil MP C18 250mm×4.6mm，5μm柱或效能相当的色谱柱)；以乙腈-水(50：50)为流动相；检测波长为215nm。取硝酸甘油对照品适量，加0.1mol/L盐酸溶液溶解并稀释制成每1ml中约含0.5mg的溶液，置水浴中加热10分钟，放冷，用0.1mol/L氢氧化钠溶液调节pH值至中性，取20μl注入液相色谱仪，记录色谱图，在相对保留时间约0.4处应出现两个降解产物峰(1,2-二硝酸甘油峰和1,3-二硝酸甘油峰)，两峰之间的分离度应大于1.0。理论板数按硝酸甘油峰计算不低于2000。■[修订]

测定法 精密量取本品适量，用流动相溶解并定量稀释制成每1ml中含硝酸甘油0.1mg的溶液，精密量取20μl，注入液相色谱仪，记录色谱图。另取硝酸甘油对照品，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 血管扩张药。

【贮藏】 遮光，密封，在阴凉处保存。

【制剂】 (1)硝酸甘油气雾剂 (2)硝酸甘油片 (3)硝酸甘油注射液

硝酸甘油气雾剂

Xiaosuan Ganyou Qiwuji

Nitroglycerin Aerosol

■本品为硝酸甘油的溶液型定量非吸入气雾剂。前、中、后各10揿的平均每揿含硝酸甘油($C_3H_5N_3O_9$)应为标示量的80.0%～120.0%。■[修订]

■【性状】 本品内容物为含有乙醇的无色至淡黄绿色澄清液体。■[修订]

【鉴别】 (1)取本品1瓶，在铝盖上钻一小孔，插入注射针头(勿与液面接触)，待抛射剂气化挥尽，除去铝盖，将剩余药液置蒸发皿中，加氢氧化钾试液1ml，混匀，置水浴上使乙醇挥发后，分取残渣少量，加水2ml(内含稀硫酸1～3滴)溶解后，■置试管中■[修订]加二苯胺试液数滴，混匀；小心沿管壁缓缓加入硫酸2ml，使成两液层，接界处即显深蓝色。

(2)在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 **溶液的颜色** 取本品2瓶，在铝盖上钻一小孔，插入注射针头(勿与液面接触)，待抛射剂气化挥尽后，除去铝盖，将剩余药液转移至比色管中，加同体积的乙醇稀释，混匀。如显色，与同体积的黄绿色■2号■[修订]标准比色液(附录Ⅸ A第一法)比较，不得更深。如有1瓶超过规定，应另取3瓶进行复试，均应符合规定。

■**有关物质** 取本品1瓶，在铝盖上钻一小孔，插入连有干燥橡皮管的注射针头(勿与液面接触)，橡皮管的一端通入盛有流动相50ml的100ml量瓶中，待抛射剂气化挥尽后，除去铝盖阀门，将剩余药液全部转移至上述量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；精密量取1ml，置100ml量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。照含量测

定项下的色谱条件，取对照溶液 20μl 注入液相色谱仪，调节检测灵敏度，使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 25%。再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图至主成分峰保留时间的 3 倍。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(1.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 3 倍(3.0%)。■[增订]

■**每瓶总揿次**　取本品 4 瓶，充分摇匀，分别揿压阀门，喷射于含适量吸收液的容器中(每次揿压前充分摇匀)，记录喷射次数，直至喷尽为止。每瓶总揿次均不得少于 200 揿。

每揿主药含量　取本品 1 瓶，充分振摇，试喷 5 次，用流动相洗净喷头，充分干燥后，正置药瓶(呈垂直状)，喷于盛有流动相 30ml 的适宜容器内，揿压阀门，喷射 10 次(注意每次喷射间隔 5 秒并缓缓振摇)，吸收液转移至 50ml 量瓶中，容器及喷头用流动相洗涤数次，合并洗液于量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，照含量测定项下的方法，分别测定第 6～15 揿、91～100 揿、181～190 揿的主药含量，所得结果除以 10，即为平均每揿主药含量。每揿主药含量均应为每揿主药含量标示量的 80%～120%。■[删除]

■**其他**　除每揿主药含量外，应符合气雾剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ L)。■[修订]

■**【含量测定】**　照高效液相色谱法(附录Ⅴ D)测定。

色谱条件与系统适用性试验　用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂(推荐 Venusil MP C18 250mm×4.6mm，5μm 柱或效能相当的色谱柱)；以乙腈-水(50：50)为流动相；检测波长为 215nm。取硝酸甘油对照品适量，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，置水浴中加热 10 分钟，放冷，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至中性，取 20μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，在相对保留时间约 0.4 处应出现两个降解产物峰(1,2-二硝酸甘油峰和 1,3-二硝酸甘油峰)，两峰之间的分离度应大于 1.0。理论板数按硝酸甘油峰计算不低于 2000。

测定法　取本品 2 瓶，充分振摇，分别试喷 5 次，用流动相洗净喷头，充分干燥后，正立药瓶(呈垂直状)，喷于盛有流动相 30ml 的适宜容器内，揿压阀门，喷射 10 次(注意每次喷射间隔 5 秒并缓缓振摇)，吸收液转移至 50ml 量瓶中，容器及喷头用流动相洗涤数次，合并洗液于量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；另取硝酸甘油对照品适量，加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.1mg 的溶液，作为对照品溶液。分别精密量取供试品溶液与对照品溶液各 20μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图，按外标法以峰面积计算，所得结果除以 10，即为前 10 揿每揿主药含量。按上述方法，再分别测定标示揿数的中(标示喷次中间值的±5 揿之间)、后(标示喷次最末值的前 10 揿)各 10 揿的平均主药含量，即为中、后 10 揿每揿主药含量。两瓶的测定结果均应符合规定。■[修订]

【类别】　同硝酸甘油溶液。

【规格】　每瓶含硝酸甘油 0.1g，每瓶 200 揿，每揿含硝酸甘油 0.5mg

【贮藏】　遮光，密闭，在阴凉处保存。

硫酸鱼精蛋白

Liusuan Yujingdanbai

Protamine Sulfate

本品系自适宜的鱼类新鲜成熟精子中提取的一种碱性蛋白质的硫酸盐。按干燥品计算，每 1mg 所中和的肝素抗血凝作用不得少于 100 单位。

【制法要求】　本品应从检疫合格的新鲜鱼类精子中提取，生产过程应符合现行版《药品生产质量管理规范》要求。

■**【性状】**　本品为白色或类白色的粉末。■[修订]

本品在水中略溶，在乙醇或乙醚中不溶。

比旋度　取本品，精密称定，加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解并定量制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液，依法测定(附录Ⅵ E)，比旋度为－65°至－85°。

【鉴别】　(1)取本品约 5mg，加水 1ml，微温溶解后，加 10%氢氧化钠溶液 1 滴及硫酸铜试液 2 滴，上清液显紫红色。

(2)取本品约 1mg，加水 2ml 溶解后，加 0.1%α-萘酚的 70%乙醇溶液与次氯酸钠试液各 5 滴，再加氢氧化钠试液使溶液成碱性，即显粉红色。

(3)本品的水溶液显硫酸盐的鉴别反应(附录Ⅲ)。

【检查】　**氮**　取本品适量，照氮测定法(附录Ⅶ D 第二法)测定，按干燥品计算，含氮量应为 21.0%～25.0%。

硫酸盐　取本品 0.15g，精密称定，置烧杯中，加水 15ml 和稀盐酸 5ml，加热至沸，缓缓加入 10%氯化钡溶液 10ml，加盖，置水浴上加热 1 小时，滤过，沉淀用热水洗涤数次，在 600℃炽灼至恒重，精密称定；所得残渣重量与 0.4117 相乘，即为硫酸盐的重量。按干燥品计算，含硫酸盐应为 16%～24%。

干燥失重　取本品，在 105℃干燥 3 小时，减失重量不得过 5.0%(附录Ⅷ L)。

汞　取本品 2.0g，置 250ml 回流瓶中，加硫酸 10ml 和硝酸 10ml 混匀后，置水浴上加热回流 1 小时，放冷后加少量水，置水浴上敞口加热，直至无硝酸蒸气升起，放冷后转移至 200ml 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。取供试品溶液 50ml 置 125ml 分液漏斗中，加 20%盐酸羟胺溶液 5ml 和水 30ml，用双硫腙滴定液(精密称取双硫腙 50mg，置 100ml 量瓶中，加三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。临用前，精密量取贮备液 2.5ml，置 100ml 量瓶中，用四氯化碳稀释至刻度，摇匀，即得双硫腙滴定液，保存于冷暗处)滴定，每次加入滴定液后，振摇 10 秒钟，静置分层，弃去四氯化碳层，继续滴定，直至双硫腙滴定液在 4 分钟内的绿色不变，即为终点。精密量取标准汞溶液(精密

称取置硫酸干燥器中干燥至恒重的氯化高汞 0.135g，置 100ml 量瓶中，加 0.5mol/L 硫酸溶液溶解并稀释至刻度，摇匀，即为标准汞贮备液。临用前，精密量取标准汞贮备液 1ml，置 200ml 量瓶中，用 0.5mol/L 硫酸溶液稀释至刻度，摇匀，即为每 1ml 相当于 5μg Hg 的标准汞溶液）1ml，置 125ml 分液漏斗中，加硫酸 2ml，加水 80ml 和 20% 盐酸羟胺溶液 5ml，用双硫腙滴定液滴定，同法操作。供试品溶液消耗的双硫腙滴定液体积不得超过标准汞溶液消耗的双硫腙滴定液体积（0.001%）。

重金属 取本品 1.0g，依法检查（附录Ⅷ H 第二法），含重金属不得过百万分之二十。

异常毒性 取本品，加氯化钠注射液溶解并制成每 1ml 中含 1mg 的溶液，依法检查（附录Ⅺ C），按静脉注射法给药，应符合规定。

细菌内毒素 取本品，依法检查（附录Ⅺ E），每 1mg 硫酸鱼精蛋白中含内毒素的量应小于 6.0EU。

【效价测定】 照硫酸鱼精蛋白生物测定法（附录Ⅻ J）测定，应符合规定，测得的结果应为标示量的 90%～110%。

【类别】 抗肝素药。

【贮藏】 密封，在凉暗处保存。

【制剂】 硫酸鱼精蛋白注射液

紫杉醇注射液

Zishanchun zhusheye

Paclitaxel Injection

本品为紫杉醇加适量助溶剂和稳定剂制成的灭菌溶液。含紫杉醇（$C_{47}H_{51}NO_{14}$）应为标示量的 90.0%～110.0%。

【性状】 本品为无色至淡黄色的澄明黏稠的液体。

【鉴别】 在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】 ■**pH 值** 取本品 1ml，加 0.9% 氯化钠溶液稀释至 20ml，依法测定（附录Ⅵ H），pH 值应为 3.0～5.0 或 5.4～7.4。■[修订]

有关物质 精密量取本品适量，加乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，分别用乙醇定量稀释制成每 1ml 中约含紫杉醇 2.5μg、0.5μg 的溶液，作为对照溶液（1）与对照溶液（2）；另取紫杉醇、三尖杉宁碱（杂质Ⅰ）、7-表-10-去乙酰基紫杉醇（杂质Ⅱ）与 7-表-紫杉醇（杂质Ⅲ）对照品适量，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 含紫杉醇 0.5mg、杂质Ⅰ、杂质Ⅱ各 2.5μg 与杂质Ⅲ为 25μg 的溶液作为系统适用性试验溶液。照高效液相色谱法（附录Ⅴ D）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，以乙腈-水为流动相进行梯度洗脱，初始流动相为乙腈-水（40∶60），待紫杉醇主峰洗脱完毕后（约 35 分钟），立即按下表进行线性梯度洗脱，流速为每分钟 1.5ml，柱温为 30℃；检测波长为 227nm。取系统适用性溶液与对照溶液（2）各 10μl，分别注入液相色谱仪，紫杉醇峰与杂质Ⅱ峰之间的分离度应大于 1.2，对照溶液（2）信噪比应不小于 10。精密量取供试品溶液和对照溶液（1）各 10μl，分别注入液相色谱仪，记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰，杂质Ⅰ（杂质Ⅰ峰面积乘以校正因子 1.26）与其他单个杂质峰面积均不得大于对照溶液（1）主峰面积（0.5%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液（1）主峰面积的 4 倍（2.0%）。供试品溶液色谱图中相对保留时间小于 0.12 的色谱峰和保留时间大于杂质Ⅲ峰的色谱峰忽略不计。

时间（分钟）	乙腈（%）	水（%）
0	40	60
25	80	20
35	40	60
45	40	60

■**水分** 若 pH 值为 5.4～7.4，取本品，照水分测定法（附录Ⅷ M 第一法 B）测定，含水分不得过 0.6%。■[增订]

细菌内毒素 取本品，加内毒素检查用水稀释制成每 1ml 中含紫杉醇 0.15mg 或更低浓度，依法检查（附录Ⅺ E），每 1mg 紫杉醇中含内毒素的量应小于 0.40EU。

其他 应符合注射剂项下有关的各项规定（附录Ⅰ B）。

【含量测定】 用内容量移液管精密量取本品 2ml，置 100ml 量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀，照紫杉醇含量测定项下的色谱条件，精密量取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；另取紫杉醇对照品，精密称定，加乙醇溶解并稀释制成每 1ml 中含紫杉醇约 0.12mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

【类别】 同紫杉醇。

【规格】 （1）5ml∶30mg （2）10ml∶60mg （3）16.7ml∶100mg （4）25ml∶150mg

【贮藏】 遮光，密闭，25℃以下保存。

聚维酮碘乳膏

Juweitongdian Rugao

Povidone Iodine Cream

本品含聚维酮碘按有效碘（I）计算，应为 0.85%～1.15%（g/g）。

【性状】 本品为棕红色乳膏。

【鉴别】 取本品约 1g，加水 20ml，振摇溶解后，照下述方法试验。

（1）取溶液 1～5 滴，加水 10ml 与淀粉指示液 1 滴，即显蓝紫色。

（2）取溶液 10ml，置 50ml 锥形瓶中（瓶内颈切勿玷污），瓶口覆盖一张用淀粉指示液浸润的滤纸，放置 60 秒钟，不显

蓝色。

【检查】■酸度　取本品1.0g，加水20ml使溶解，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为2.5～4.5。■[增订]

■微生物限度　取本品，依法检查(附录Ⅺ J薄膜过滤法)，应符合规定。■[增订]

■无菌　取本品，加保温至约40℃的pH 7.0无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液溶解并稀释制成每1ml中含聚维酮碘20mg的溶液，用薄膜过滤法处理，用上述缓冲液分次冲洗(每膜不少于500ml)，以金黄色葡萄球菌为阳性对照菌，依法检查(附录Ⅺ H)，应符合规定(用于治疗小面积轻度烧烫伤)。■[增订]

其他　应符合乳膏剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ F)。

【含量测定】取本品约10g，精密称定，置烧杯中，加水120ml，置50℃的水浴中加热，搅拌使聚维酮碘溶解，放冷，照电位滴定法(附录Ⅶ A)，用硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)滴定。每1ml硫代硫酸钠滴定液(0.1mol/L)相当于12.69mg的I。

【类别】同聚维酮碘。

【规格】10%

【贮藏】密封，在凉暗处保存。

醋酸奥曲肽注射液

Cusuan Aoqutai Zhusheye

Octreotide Acetate Injection

本品为醋酸奥曲肽的无菌水溶液。■含醋酸奥曲肽以奥曲肽($C_{49}H_{66}N_{10}O_{10}S_2$)计，应为标示量的90.0%～110.0%。■[修订]

【性状】本品为无色的澄明液体。

【鉴别】在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】pH值　应为3.7～4.7(附录Ⅵ H)。

■相对密度　应为1.007～1.017(附录Ⅵ A)。■[删除]

■有关物质　取本品作为供试品溶液，或取本品适量，用水稀释制成每1ml中约含奥曲肽0.1mg的溶液(1ml：0.3mg规格)作为供试品溶液，照醋酸奥曲肽项下的方法检查。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，除去相对保留时间小于0.5的色谱峰外，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(4.0%)。■[修订]

■异常毒性　取本品作为供试品溶液，或取本品适量用氯化钠注射液稀释制成每1ml中含奥曲肽0.1mg的溶液(1ml：0.3mg规格)作为供试品溶液，依法检查(附录Ⅺ C)，按静脉注射法缓慢注射给药，应符合规定。■[修订]

细菌内毒素　取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg奥曲肽中含内毒素的量应小于100EU。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

■【含量测定】取本品作为供试品溶液，或精密量取本品适量，用水定量稀释制成每1ml中含奥曲肽0.1mg的溶液(1ml：0.3mg规格)作为供试品溶液，照醋酸奥曲肽项下的方法测定，即得。■[修订]

【类别】同醋酸奥曲肽。

■【规格】(1)1ml：0.05mg　(2)1ml：0.1mg　(3)1ml：0.3mg■[修订]

【贮藏】遮光，密闭，在冷处保存。

注射用醋酸奥曲肽

Zhusheyong Cusuan Aoqutai

Octreotide Acetate for Injection

本品为醋酸奥曲肽加适量赋形剂制成的无菌冻干品，■含醋酸奥曲肽以奥曲肽($C_{49}H_{66}N_{10}O_{10}S_2$)计，应为标示量的90.0%～110.0%。■[修订]

【性状】本品为白色疏松块状物。

【鉴别】在含量测定项下记录的色谱图中，供试品溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。

【检查】■酸度　取溶液的澄清度与颜色项下的溶液，依法测定(附录Ⅵ H)，pH值应为4.0～6.0。■[修订]

溶液的澄清度与颜色　■取本品，每支按标示量加水溶解并制成每1ml中含奥曲肽0.05mg的溶液，■[修订]依法检查(附录Ⅸ A和B)，溶液应澄清无色，如显浑浊，与1号浊度标准液比较，不得更浓。

有关物质　取本品适量，加水溶解并稀释制成每1ml中约含■奥曲肽0.1mg■[修订]的溶液，照醋酸奥曲肽项下的方法检查。供试品溶液的色谱图中如有杂质峰，除去相对保留时间小于0.5的色谱峰外，单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(2.0%)，各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的2倍(4.0%)。

水分　取本品，照水分测定法(附录Ⅷ M第一法)测定，含水分不得过5.0%。

异常毒性　取本品，加氯化钠注射液溶解并制成每1ml中含■奥曲肽0.1mg■[修订]的溶液，依法检查(附录Ⅺ C)，按静脉注射法缓慢注射给药，应符合规定。

细菌内毒素　取本品，依法检查(附录Ⅺ E)，每1mg奥曲肽中含内毒素的量应小于100EU。

其他　应符合注射剂项下有关的各项规定(附录Ⅰ B)。

【含量测定】取本品5瓶，分别加水溶解并定量稀释制成每1ml含■奥曲肽0.1mg■[修订]的溶液，5瓶全量混合，摇匀，作为供试品溶液。照醋酸奥曲肽项下的方法测定，即得。

【类别】同醋酸奥曲肽。

【规格】(1)0.1mg　(2)0.3mg

【贮藏】 遮光，密闭，在冷处保存。

乙基纤维素

Yiji Xianweisu

Ethylcellulose

［9004-57-3］

本品为乙基醚纤维素。按干燥品计算，含乙氧基（$-OC_2H_5$）应为44.0%～51.0%。

【性状】 ■本品为白色颗粒或粉末；无臭，无味。■［修订］

本品在甲苯或乙醚中易溶，在水中不溶。

【鉴别】 (1)取本品5g，加乙醇-甲苯（1：4）溶液100ml，振摇，溶液为透明的微黄色溶液，取上述溶液适量，倾注在玻璃板上，俟溶液蒸发后，形成一层有韧性的膜，该膜可以燃烧。

■(2)本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致（附录Ⅳ C）。■［增订］

【检查】 ■**酸碱度** 精密称取本品0.5g，加水25ml，振摇15分钟，溶解后用3号垂熔漏斗滤过，取滤液10ml，加入酚酞指示剂0.1ml与0.01 mol/L氢氧化钠溶液0.5ml，溶液应显粉红色，另取滤液10ml，加入甲基红指示液0.1ml与0.01 mol/L盐酸溶液0.5ml，溶液应显红色。■［增订］

■**黏度** 精密称取本品2.5g（按干燥品计），置具塞锥形瓶中，精密加乙醇-甲苯（1：4）溶液50ml，振摇至完全溶解，静置8～10小时，调节温度至20℃±0.1℃，测定动力黏度（附录Ⅵ G第一法，选择不同内径的毛细管，使得流出时间大于200秒）。

标示黏度大于或等于10mPa·s者，黏度应为标示黏度的90.0%～110.0%，标示黏度在6～10mPa·s之间者，黏度应为标示黏度的80.0%～120.0%；标示黏度小于或等于6mPa·s者，黏度应为标示黏度的75.0%～140.0%。■［修订］

干燥失重 取本品，在105℃干燥2小时，减失重量不得过3.0%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.4%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

■**乙醛** 取本品3.0g，置250ml具塞锥形瓶中，加水10ml，密塞，搅拌1小时。静置24小时后，滤过并用水稀释至100ml。精密量取5ml，置25ml量瓶中，加0.05%甲基苯并噻唑酮腙盐酸盐溶液5ml，置60℃水浴中加热5分钟。加三氯化铁-氨基磺酸溶液（三氯化铁与氨基磺酸各1g，加水100ml溶解即得）2ml，继续60℃水浴加热5分钟。冷却，用水稀释至刻度。另精密量取乙醛对照溶液（取乙醛1.0g，加异丙醇稀释至100ml，摇匀。精密量取5ml置500ml量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。精密量取3ml置100ml量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即得。临用新制）5ml，同法操作。供试品溶液的颜色不得深于对照溶液（0.01%）。

氯化物 取本品0.25g，加水40ml，煮沸，放冷，加水至50ml，摇匀，滤过；弃去初滤液10ml，取续滤液10ml，依法检查（附录Ⅷ A），与标准氯化钠溶液5.0ml制成的对照液比较，不得更浓（0.1%）。■［增订］

砷盐 取本品0.67g，加氢氧化钙1.0g，混合，加水搅拌均匀，干燥后，先用小火灼烧使炭化，再在500～600℃炽灼使完全灰化，放冷，加盐酸8ml与水23ml，依法检查（附录Ⅷ J第一法），应符合规定（0.0003%）。

【含量测定】 照甲氧基、乙氧基与羟丙氧基测定法（附录Ⅶ F）测定。如采用第二法（容量法），取本品适量（相当于乙氧基10mg），精密称定，将油液温度控制在150～160℃，加热时间延长至1～2小时，其余同法操作。每1ml硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）相当于0.7510mg的乙氧基。

【类别】 药用辅料，包衣材料和释放阻滞剂等。

【贮藏】 密闭，在干燥处保存。

甲基纤维素

Jiaji Xianweisu

Methylcellulose

［9004-67-5］

本品为甲基醚纤维素。按干燥品计算，含甲氧基（$-OCH_3$）应为27.0%～32.0%。

【性状】 本品为白色或类白色纤维状或颗粒状粉末；无臭，无味。

本品在水中溶胀成澄清或微浑浊的胶体溶液；在无水乙醇、三氯甲烷或乙醚中不溶。

【鉴别】 ■(1)取本品1g，加沸水100ml，搅拌均匀，置冰浴中冷却至形成均匀澄清或微混浊的溶液，取该溶液适量，置试管中，沿试管壁缓缓加0.035%蒽酮的硫酸溶液2ml，放置，在两液界面处显蓝绿色环。

(2)取鉴别(1)项下溶液适量，加热，溶液产生雾状或片状沉淀，冷却后，沉淀溶解。

(3)取鉴别(1)项下溶液适量，倾倒在玻璃板上，俟水分蒸发后，形成一层有韧性的膜。

(4)取鉴别(1)项下溶液0.1ml，加硫酸溶液（9→10）9ml，振摇，置沸水浴中加热3分钟，迅速置冰浴中冷却，加0.2%茚三酮溶液0.6ml，在25℃放置，溶液呈红色，100分钟内不变紫色。

(5)取鉴别(1)项下溶液50ml，置盛有水50ml的烧杯中，将温度计浸入溶液，搅拌并以每分钟2～5℃速度加热升温，溶液出现混浊的温度不得低于50℃。

【检查】 **酸碱度** 取本品1.0g，照鉴别(1)项下配制供

试品溶液，依法测定（附录Ⅵ H），电极浸入供试品溶液（5±0.5）分钟读数，pH值应为4.0～8.0。

黏度　精密称取本品4.0g（按干燥品计），加90℃的水196g，充分搅拌约10分钟，置冰浴中冷却，冷却过程中继续搅拌，再保持40分钟，加冷水至总重为200g，搅拌均匀，在20℃±0.1℃，以旋转式黏度计测定（附录Ⅵ G第二法），标示黏度小于或等于100mPa·s者，黏度应为标示黏度的80.0%～120.0%，标示黏度大于100mPa·s者，黏度应为标示黏度的75.0%～140.0%。■[修订]

干燥失重　取本品，在105℃干燥2小时，减失重量不得过5.0%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣　取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N）。遗留残渣不得过1.0%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

砷盐　取本品1.0g，加氢氧化钙1.0g，混合，加水搅拌均匀，干燥后，先用小火灼烧使炭化，再在500～600℃炽灼使完全灰化，放冷，加盐酸8ml与水23ml，依法检查（附录Ⅷ J第一法），应符合规定（0.0002%）。

【含量测定】　**甲氧基**　取本品，精密称定，照甲氧基、乙氧基与羟丙氧基测定法（附录Ⅶ F）测定，即得。

【类别】　药用辅料，黏合剂和助悬剂等。

【贮藏】　密封，在干燥处保存。

纤维醋法酯

Xianwei Cufazhi

Cellacefate

■[9004-38-0]■[增订]

本品为部分乙酰化的纤维素与邻苯二甲酸酐缩合制得。■按无游离酸和无水物计算，含苯甲酸甲酰基（$C_8H_5O_3$）应为30.0%～36.0%，乙酰基（C_2H_3O）应为21.5%～26.0%。■[修订]

【性状】　■本品为白色或类白色的无定形纤维状、细条状、片状、颗粒或粉末。

本品在水或乙醇中不溶；在丙酮中溶胀成澄清或微浑浊的胶体溶液。■[修订]

【鉴别】　■取本品，用粉碎机或研磨机粉碎后，取粉末，用溴化钾压片法测定（附录Ⅳ C）。本品的红外光吸收图谱应与对照品的图谱一致。■[增订]

■（1）取本品10mg，加乙醇1ml，硫酸5滴，加热，即发生乙酸乙酯的特臭。

（2）取本品0.1g，置试管中，加间苯二酚约20mg，混合后，缓缓加热数分钟使熔化，放冷，将溶液倾入10%氢氧化钠溶液20ml中，即显绿色荧光，加酸使成酸性，荧光即消失；再加碱使成碱性，荧光又复显。■[删除]

【检查】　■**水分**　取本品0.5g，精密称定，用无水乙醇-二氯甲烷（3∶2）混合溶液代替无水甲醇作溶剂使溶解（如供试品溶解困难，用脱水乙醇代替无水乙醇），照水分测定法（附录Ⅷ M第一法A），用水分测定仪直接测定，含水分不得过5.0%。

游离酸　取本品3.0g，精密称定，置碘量瓶中，加甲醇溶液（1→2）100 ml，密塞，振摇2小时；滤过，用甲醇溶液（1→2）洗涤碘量瓶和残渣2次，每次10ml，合并洗液和滤液，加酚酞指示液3滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，用甲醇溶液（1→2）120ml进行空白滴定，将滴定结果用空白试验校正。每1ml氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于8.306mg的$C_8H_6O_4$。按无水物计算，含游离酸以邻苯二甲酸（$C_8H_6O_4$：166.13）计，不得过3.0%。

炽灼残渣　取本品2.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过0.1%。

重金属　取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之十。

【含量测定】　**苯甲酸甲酰基**　取本品约1g，精密称定，置锥形瓶中，加乙醇-丙酮（3∶2）混合液50 ml，振摇使溶解，加酚酞指示液2滴，用氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每1ml氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于14.91mg的$C_8H_5O_3$。按下式计算苯甲酸甲酰基的百分含量：

$$\frac{14.91(V-V_0)}{[1000(100\%-\alpha)(100\%-S)W]}-\frac{1.795S}{(100\%-S)}$$

式中　W为供试品的取样量，g；

V为消耗氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）的体积，ml；

V_0为空白消耗氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）的体积，ml；

α为水分含量；

S为游离酸含量。

乙酰基　取本品约0.1g，精密称定，置磨口烧瓶中，精密加入氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）25ml，加热回流30分钟，放冷，加酚酞指示液5滴，用盐酸滴定液（0.1mol/L）滴定，并将滴定结果用空白试验校正。每1ml氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）相当于4.304mg的C_2H_3O。按下式计算乙酰基的百分含量：

$$\frac{4.304(V_0-V)}{[1000(100\%-\alpha)(100\%-S)W}-\frac{0.5182S}{(100\%-S)}-0.5773P$$

式中　W为供试品的取样量，g；

V为消耗盐酸滴定液（0.1mol/L）的体积，ml；

V_0为空白消耗盐酸滴定液（0.1mol/L）的体积，ml；

α为水分含量；

S为游离酸含量。

P为苯甲酸甲酰基含量。■[修订]

【类别】　药用辅料，包衣材料和释放阻滞剂。

【贮藏】　遮光，密闭。

■附：脱水乙醇的制备

在500ml的圆底烧瓶中，放置1.2g干燥纯净的镁条，加无水乙醇20ml，装上回流冷凝管，并在冷凝管上附加一只无水氯化钙干燥管。用电热套直接加热使微沸，移去电热套，立刻加入几粒碘片（此时注意不要振荡），顷刻即在碘粒附近发生作用。待作用完毕后，加入无水乙醇200ml和几粒沸石。回流1小时。改成蒸馏装置。蒸去前馏分后，用干燥的蒸馏瓶做接受器，其支管接一无水氯化钙干燥管，使与大气相通，用电热套直接加热，蒸馏产物收存于玻璃瓶中，密封保存。

检查脱水乙醇和脱水乙醇-二氯甲烷混合溶液（3：2）的水分：取10ml，照水分测定法（附录Ⅷ M第一法 A）测定，脱水乙醇和脱水乙醇-二氯甲烷混合溶液（3：2）含水分均不得过0.05%。■[增订]

羟丙甲纤维素

Qiangbingjia Xianweisu

Hypromellose

[9004-65-3]

本品为2-羟丙基醚甲基纤维素。■根据甲氧基与羟丙氧基含量的不同将羟丙甲纤维素分为四种取代型，即1828、2208、2906、2910型。按干燥品计算，各取代型甲氧基（$-OCH_3$）、羟丙氧基（$-OCH_2CHOHCH_3$）的含量应符合附表的规定。■[修订]

【性状】 本品为白色或类白色纤维状或颗粒状粉末；无臭。

本品在无水乙醇、乙醚、丙酮中几乎不溶；在冷水中溶胀成澄清或微浑浊的胶体溶液。

【鉴别】 （1）取本品1g，加热水（80～90℃）100ml，不断搅拌，在冰浴中冷却，成黏性液体；取2ml置试管中，沿管壁缓缓加0.035%蒽酮的硫酸溶液1ml，放置5分钟，在两液界面处显蓝绿色环。

（2）取鉴别（1）项下的黏性液体适量，倾注在玻璃板上，俟水分蒸发后，形成一层有韧性的薄膜。

【检查】 ■**酸碱度** 取本品1.0g（以干燥品计），边搅拌边加入90℃的水50g中，冷却后，用水调节溶液至100g，搅拌至溶解完全，依法测定（附录Ⅵ H），pH值应为5.0～8.0。

黏度 取本品10.00g，按干燥品计算，加90℃的水使样品与水总重为500.0g，制成2.0%（g/g）的混悬液，充分搅拌约10分钟，直至颗粒得到完全均匀的分散和润湿，置冰浴中冷却，冷却过程中继续搅拌40分钟，离心除去气泡，必要时加冷水调节重量；用单圆筒旋转式黏度计（黏度小于100Pa·s的样品可用NDJ-1型测定，大于或等于100Pa·s的样品可用NDJ-8S型测定，或其他适宜的经检定合格的黏度计），在20℃±0.1℃，依法测定（附录Ⅵ G第二法），标示黏度小于600mPa·s者，黏度应为标示黏度的80%～120%；标示黏度大于等于600mPa·s者，黏度应为标示黏度的75%～140%。

水中不溶物 取本品1.0g，置烧杯中，加80～90℃的热水100ml，溶胀约15分钟后，在冰浴中冷却，加水300ml（必要时可适当增加水的体积，确保溶液滤过），并充分搅拌，用经105℃干燥至恒重的1号垂熔玻璃坩埚滤过，烧杯用水洗净，洗液并入上述垂熔玻璃坩埚中，滤过，在105℃干燥至恒重，遗留残渣不得过5mg（0.5%）。■[修订]

干燥失重 取本品，在105℃干燥2小时，减失重量不得过5.0%（附录Ⅷ L）。

炽灼残渣 取本品1.0g，依法检查（附录Ⅷ N），遗留残渣不得过1.5%。

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣，依法检查（附录Ⅷ H第二法），含重金属不得过百万分之二十。

砷盐 取本品1.0g，加氢氧化钙1.0g，混合，加水搅拌均匀，干燥后，先用小火烧灼使炭化，再在600℃炽灼使完全灰化，放冷，加盐酸5ml与水23ml使溶解，依法检查（附录Ⅷ J第一法），应符合规定（0.0002%）。

【含量测定】 **甲氧基** 照甲氧基、乙氧基与羟丙氧基测定法（附录Ⅶ F）测定。如采用第二法（容量法），取本品，精密称定，依法测定，测得的甲氧基量（%）扣除羟丙氧基量（%）与（31/75×0.93）的乘积，即得。

羟丙氧基 照甲氧基、乙氧基与羟丙氧基测定法（附录Ⅶ F）测定。如采用第二法（容量法），取本品约0.1g，精密称定，依法测定，即得。

【类别】 药用辅料，释放阻滞剂和包衣材料等。

【贮藏】 密闭保存。

■**附表　本品不同取代型甲氧基与羟丙氧基含量限度**

取代型	甲氧基含量（%）	羟丙氧基含量（%）
1828	16.5～20.0	23.0～32.0
2208	19.0～24.0	4.0～12.0
2906	27.0～30.0	4.0～7.5
2910	28.0～30.0	7.0～12.0

■[增订]

■低取代羟丙纤维素■[订正]

■Diqudai Qiangbing Xianweisu

Low-Substituted Hydroxypropyl Cellulose■[订正]

本品为低取代2-羟丙基醚纤维素。按干燥品计算，含羟丙氧基（$-OCH_2CHOHCH_3$）应为5.0%～16.0%。

■低取代羟丙纤维素■[订正]

【性状】 本品为白色或类白色粉末;无臭,无味。

■本品在水中膨胀;在乙醇、丙酮或乙醚中不溶。■[修订]

【鉴别】 ■(1) 取本品2%的水混悬液适量,置试管中,沿管壁缓缓加0.035%蒽酮的硫酸溶液1ml,在两液界面处即显蓝色环,渐变为绿色。

(2) 取本品2%的水混悬液5ml,加氢氧化钠0.5g,振摇,放置10分钟,呈浑浊的黏稠溶液;再加甲醇10ml,振摇,应生成白色絮状沉淀。■[修订]

■(3)取本品0.1g,加水10ml,振摇。加氢氧化钠1g,振摇混匀。取0.1ml,加硫酸溶液(9→10)9ml,振摇。置水浴中准确加热3分钟,立即置冰浴中冷却,冷却后,加水合茚三酮溶液(取水合茚三酮200mg,加水10ml溶解。临用新制)0.6ml,振摇,室温放置,溶液显红色,100分钟内变成紫色。■[增订]

【检查】 ■**酸碱度** 取本品0.50g,加水50ml,振摇,制成混悬液,依法测定(附录Ⅵ H),pH值应为5.0～7.5。■[增订]

氯化物 取本品0.10g,加热水30ml,在水浴中加热10分钟,趁热滤过,残渣用热水15ml洗涤4次,合并滤液与洗液于100ml量瓶中,放冷,加水稀释至刻度,摇匀;取10ml,依法检查(附录Ⅷ A),与标准氯化钠溶液2.0ml制成的对照液比较,不得更浓(0.20%)。

■**干燥失重** 取本品,在105℃干燥2小时,减失重量不得过8.0 %(附录Ⅷ L)。■[修订]

炽灼残渣 取本品1.0g,依法检查(附录Ⅷ N),遗留残渣不得过1.0%。

铁盐 取本品1.0g,照炽灼残渣项下的方法炽灼后,残渣加稀盐酸5ml,置水浴中加热溶解,加水至25ml,混匀;取5.0ml,依法检查(附录Ⅷ G),与标准铁溶液2.0ml制成的对照液比较,不得更深(0.010%)

重金属 取炽灼残渣项下遗留的残渣,依法检查(附录Ⅷ H第二法),含重金属不得过百万分之二十。

■**砷盐** 取本品1.0g,加氢氧化钙1.0g,混合,加水2ml,搅拌均匀,在40℃烘干,以小火烧灼使炭化,再在500～600℃炽灼使完全灰化,放冷,加盐酸8ml与水23ml,依法检查(附录Ⅷ J第一法),应符合规定(0.0002%)。■[修订]

【含量测定】 取本品,照甲氧基、乙氧基与羟丙氧基测定法(附录Ⅶ F)测定。如采用第二法(容量法),取本品约0.1g,精密称定,依法测定,即得。

【类别】 药用辅料,崩解剂和填充剂等。

【贮藏】 密闭,在干燥处保存。

新增附录

附录Ⅱ B　国家药品标准物质通则

国家药品标准物质系指供国家法定药品标准中药品的物理、化学及生物学等测试用，具有确定的特性或量值，用于校准设备、评价测量方法、给供试药品赋值或鉴别用的物质。

国家药品标准物质应具备稳定性、均匀性和准确性。

国家药品标准物质在分级分类、建立、使用、稳定性监测、标签说明书、储存及发放应符合下列有关规定。

一、国家药品标准物质的分级与分类

国家药品标准物质共分为两级。

一级国家药品标准物质：具有很好的质量特性，其特征量值采用定义法或其他精准、可靠的方法进行计量。

二级国家药品标准物质：具有良好的质量特性，其特征量值采用准确、可靠的方法或直接与一级标准物质相比较的方法进行计量。

国家药品标准物质共分为五类。

标准品　系指含有单一成分或混合组分，用于生物检定、抗生素或生化药品中效价、毒性或含量测定的国家药品标准物质。其生物学活性以国际单位(IU)、单位(U)或以重量单位(g，mg，μg)表示。

对照品　系指含有单一成分、组合成分或混合组分，用于化学药品、抗生素、部分生化药品、药用辅料、中药材(含饮片)、提取物、中成药、生物制品(理化测定)等检验及仪器校准用的国家药品标准物质。

对照提取物　系指经特定提取工艺制备的含有多种主要有效成分或指标性成分，用于中药材(含饮片)、提取物、中成药等鉴别或含量测定用的国家药品标准物质。

对照药材　系指基原明确、药用部位准确的优质中药材经适当处理后，用于中药材(含饮片)、提取物、中成药等鉴别用的国家药品标准物质。

参考品　系指用于定性鉴定微生物(或其产物)或定量检测某些制品生物效价和生物活性的国家药品标准物质，其效价以特定活性单位表示；或指由生物试剂、生物材料或特异性抗血清制备的用于疾病诊断的参考物质。

二、国家药品标准物质的建立

建立国家药品标准物质的工作包括：确定品种、获取候选药品标准物质、确定标定方案、分析标定、审核批准和分包装。

1. 品种的确定

除另有规定外，根据国家药品标准制定或修订所提出的使用要求(品种、用途等)，确定需要制备的品种。

2. 候选药品标准物质的获取

候选标准品、对照品及参考品应从正常工艺生产的原料中选取一批质量满意的产品或从中药材(含饮片)中提取获得。

候选对照提取物应从基原明确的中药材(含饮片)或其他动植物中提取获得。

候选对照药材应从基原和药用部位明确的中药材获得。

3. 国家药品标准物质的标定

国家药品标准物质的标定须经3家以上国家药品监督管理部门认可的实验室协作完成。参加标定单位应采用统一的设计方案、统一的方法和统一的记录格式，标定结果应经统计学处理(需要至少5次独立的有效结果)。国家药品标准物质的标定结果一般采用各参加单位标定结果的均值表示。

国家药品标准物质的标定包括定性鉴别、结构鉴定、纯度分析、量值确定和稳定性考察等。

4. 分装、包装

国家药品标准物质的分包装条件参照药品GMP要求执行，主要控制分包装环境的温度、湿度、光照及与安全性有关的因素等。

国家药品标准物质采用单剂量包装形式以保证使用的可靠性。包装容器所使用的材料应保证国家药品标准物质的质量。

三、国家药品标准物质的使用

国家药品标准物质供执行国家法定药品标准使用，包括校准设备、评价测量方法或者对供试药品进行鉴别或赋值等。

国家药品标准物质所赋量值只在规定的用途中使用有效。如果作为其他目的的使用，其适用性由使用者自行决定。

国家药品标准物质单元包装一般供一次使用；标准物质溶液应临用前配制。否则，使用者应证明其适用性。

四、国家药品标准物质的稳定性监测

国家药品标准物质的发行单位应建立常规的质量保障体系，对其发行的国家药品标准物质进行定期监测，确保国家药品标准物质正常储存的质量。如果发现国家药品标准物质发生质量问题，应及时公示停止该批号标准物质的使用。

五、国家药品标准物质的储存

国家药品标准物质的储存条件根据其理化特性确定。除另有规定外，国家药品标准物质一般在室温条件下储存。

六、国家药品标准物质的标签及说明书

国家药品标准物质的标签应包括国家药品标准物质的名称、编号、批号、装量、用途、储存条件和提供单位等信息；供含量测定用的标准物质还应在标签上标明其含量信息。

国家药品标准物质的说明书除提供标签所标明的信息外，还应提供有关国家药品标准物质的组成、结构、来源等信息，必要时应提供对照图谱。

附录XIX R　国家药品标准物质制备指导原则

本指导原则用于规范和指导国家药品标准物质的制备，

保证国家药品标准的执行。

一、国家药品标准物质品种的确定

根据国家药品标准制定及修订的需要，确定药品标准物质的品种。

二、候选国家药品标准物质原料的选择

1.原料的选择应满足适用性、代表性及可获得性的原则。

2.原料的性质应符合使用要求。

3.原料的均匀性、稳定性及相应特性量值范围应适合该标准物质的用途。

三、候选国家药品标准物质的制备

1.根据候选药品标准物质的理化性质，选择合理的制备方法和工艺流程，防止相应特性量值的变化，并避免被污染。

2.对不易均匀的候选药品标准物质，在制备过程中除采取必要的均匀措施外，还应进行均匀性初检。

3.对相应特性量值不稳定的候选药品标准物质，在制备过程中应考察影响稳定性的因素，采取必要的措施保证其稳定性，并选择合适的储存条件。

4.当候选药品标准物质制备量大时，为便于保存可采取分级分装。

5.候选药品标准物质供应者须具备良好的实验条件和能力，并应提供以下资料。

(1)试验方法、量值、试验重复次数、必要的波谱及色谱等资料；

(2)符合稳定性要求的储存条件(温度、湿度和光照等)；

(3)候选药品标准物质引湿性研究结果及说明；

(4)加速稳定性研究结果；

(5)有关物质的鉴别及百分比，国家药品标准中主组分的相对响应因子等具体资料；

(6)涉及危害健康的最新的安全性资料。

四、候选国家药品标准物质的标定

候选药品标准物质按以下要求进行标定，必要时应与国际标准物质进行比对。

1.化学结构或组分的确证

(1)验证已知结构的化合物需要提供必要的理化参数及波谱数据，并提供相关文献及对比数据。如无文献记载，应提供完整的结构解析过程。

(2)对于不能用现代理化方法确定结构的药品标准物质，应选用适当的方法对其组分进行确证。

2.理化性质检查

应根据药品标准物质的特性和具体情况确定理化性质检验项目，如性状、熔点、比旋度、晶型以及干燥失重、引湿性等。

3.纯度及有关物质检查

应根据药品标准物质的使用要求确定纯度及有关物质的检查项，如反应中间体、副产物及相关杂质等。

4.均匀性检验

凡成批制备并分装成最小包装单元的候选药品标准物质，必须进行均匀性检验。对于分级分装的候选药品标准物质，凡由大包装分装成最小包装单元时，均应进行均匀性检验。

5.定值

符合上述要求后，方可进行定值。

定值的测量方法应经方法学考察证明准确可靠。应先研究测量方法、测量过程和样品处理过程所固有的系统误差和随机误差，如溶解、分离等过程中被测样品的污染和损失；对测量仪器要定期进行校准，选用具有可溯源的基准物；要有可行的质量保证体系，以保证测量结果的溯源性。

(1)定值原则

在测定一个候选化学标准品/对照品含量时，水分、有机溶剂、无机杂质和有机成分测定结果的总和应为100%。

(2)选用下列方式对候选药品标准物质定值

①采用高准确度的绝对或权威测量方法定值

测量时，要求两个以上分析者在不同的实验装置上独立地进行操作。

②采用两种以上不同原理的已知准确度的可靠方法定值

研究不同原理的测量方法的精密度，对方法的系统误差进行估计，采取必要的手段对方法的准确度进行验证。

③多个实验室协作定值

参加协作标定的实验室应具有候选药品标准物质定值的必备条件及相关实验室资质。每个实验室应采用规定的测量方法。协作实验室的数目或独立定值组数应符合统计学的要求。

五、候选国家药品标准物质的稳定性考察

1.候选药品标准物质应在规定的储存或使用条件下，定期进行相应特性量值的稳定性考察。

2.稳定性考察的时间间隔可以依据先密后疏的原则。在考察期间内应有多个时间间隔的监测数据。

(1)当候选药品标准物质有多个特性量值时，应选择易变的和有代表性的特性量值进行稳定性考察；

(2)选择不低于定值方法精密度和具有足够灵敏度的测量方法进行稳定性考察；

(3)考察稳定性所用样品应从总样品中随机抽取，抽取的样品数对于总体样品有足够的代表性；

(4)按时间顺序进行的测量结果应在测量方法的随机不确定度范围内波动。

修订附录

附录Ⅲ　一般鉴别试验

水杨酸盐

(1)■取供试品的中性或弱酸性稀溶液,加三氯化铁试液1滴,即显紫色。■[修订]

(2)取供试品溶液,加稀盐酸,即析出白色水杨酸沉淀;分离,沉淀在醋酸铵试液中溶解。

丙二酰脲类

(1)取供试品约0.1g,加碳酸钠试液1ml与水10ml,振摇2分钟,滤过,滤液中逐滴加入硝酸银试液,即生成白色沉淀,振摇,沉淀即溶解;继续滴加过量的硝酸银试液,沉淀不再溶解。

(2)取供试品约50mg,加吡啶溶液(1→10)5ml,溶解后,加铜吡啶试液1ml,即显紫色或生成紫色沉淀。

有机氟化物

取供试品约7mg,照氧瓶燃烧法(附录Ⅶ C)进行有机破坏,用水20ml与0.01mol/L氢氧化钠溶液6.5ml为吸收液,俟燃烧完毕后,充分振摇;取吸收液2ml,加茜素氟蓝试液0.5ml,再加12%醋酸钠的稀醋酸溶液0.2ml,用水稀释至4ml,加硝酸亚铈试液0.5ml,即显蓝紫色;同时做空白对照试验。

亚硫酸盐或亚硫酸氢盐

(1)取供试品,加盐酸,即发生二氧化硫的气体,有刺激性特臭,并能使硝酸亚汞试液湿润的滤纸显黑色。

(2)取供试品溶液,滴加碘试液,碘的颜色即消褪。

亚锡盐

取供试品的水溶液1滴,点于磷钼酸铵试纸上,试纸应显蓝色。

托烷生物碱类

取供试品约10mg,加发烟硝酸5滴,置水浴上蒸干,得黄色的残渣,放冷,加乙醇2～3滴湿润,加固体氢氧化钾一小粒,即显深紫色。

汞盐

亚汞盐　(1)取供试品,加氨试液或氢氧化钠试液,即变黑色。

(2)取供试品,加碘化钾试液,振摇,即生成黄绿色沉淀,瞬即变为灰绿色,并逐渐转变为灰黑色。

汞盐　(1)取供试品溶液,加氢氧化钠试液,即生成黄色沉淀。

(2)取供试品的中性溶液,加碘化钾试液,即生成猩红色沉淀,能在过量的碘化钾试液中溶解;再以氢氧化钠试液碱化,加铵盐即生成红棕色的沉淀。

(3)取不含过量硝酸的供试品溶液,涂于光亮的铜箔表面,擦拭后即生成一层光亮似银的沉积物。

芳香第一胺类

■取供试品约50mg,加稀盐酸1ml,必要时缓缓煮沸使溶解,加0.1mol/L亚硝酸钠溶液数滴,加与0.1mol/L亚硝酸钠溶液等体积的1mol/L脲溶液,振摇1分钟,滴加碱性β-萘酚试液数滴,视供试品不同,生成由粉红到猩红色沉淀。■[修订]

苯甲酸盐

(1)取供试品的中性溶液,滴加三氯化铁试液,即生成赭色沉淀;再加稀盐酸,变为白色沉淀。

(2)取供试品,置干燥试管中,加硫酸后,加热,不炭化,但析出苯甲酸,并在试管内壁凝结成白色升华物。

乳酸盐

取供试品溶液5ml(约相当于乳酸5mg),置试管中,加溴试液1ml与稀硫酸0.5ml,置水浴上加热,并用玻棒小心搅拌至褪色,加硫酸铵4g,混匀,沿管壁逐滴加入10%亚硝基铁氰化钠的稀硫酸溶液0.2ml和浓氨试液1ml,使成两液层;在放置30分钟内,两液层的接界面处出现一暗绿色环。

枸橼酸盐

(1)取供试品溶液2ml(约相当于枸橼酸10mg),加稀硫酸数滴,加热至沸,加高锰酸钾试液数滴,振摇,紫色即消失;溶液分成两份,一份中加硫酸汞试液1滴,另一份中逐滴加入溴试液,均生成白色沉淀。

(2)取供试品约5mg,加吡啶-醋酐(3:1)约5ml,振摇,即生成黄色到红色或紫红色的溶液。

钙盐

(1)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰即显砖红色。

(2)取供试品溶液(1→20),加甲基红指示液2滴,用氨试液中和,再滴加盐酸至恰呈酸性,加草酸铵试液,即生成白色沉淀;分离,沉淀不溶于醋酸,但可溶于稀盐酸。

钠盐

(1)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰即显鲜黄色。

(2)取供试品约100mg,置10ml试管中,加水2ml溶解,加15%碳酸钾溶液2ml,加热至沸,应不得有沉淀生成;加焦锑酸钾试液4ml,加热至沸;置冰水中冷却,必要时,用玻棒摩擦试管内壁,应有致密的沉淀生成。

钡盐

(1)取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取供试品,在无色火焰中燃烧,火焰即显黄绿色;通过绿色玻璃透视,火焰显蓝色。

(2)取供试品溶液,滴加稀硫酸,即生成白色沉淀;分离,沉淀在盐酸或硝酸中均不溶解。

酒石酸盐

(1)取供试品的中性溶液,置洁净的试管中,加氨制硝酸银试液数滴,置水浴中加热,银即游离并附在试管的内壁成

银镜。

(2)取供试品溶液，加醋酸成酸性后，加硫酸亚铁试液1滴和过氧化氢试液1滴，俟溶液褪色后，用氢氧化钠试液碱化，溶液即显紫色。

铋盐

(1)取供试品溶液，滴加碘化钾试液，即生成红棕色溶液或暗棕色沉淀；分离，沉淀能在过量碘化钾试液中溶解成黄棕色的溶液，再加水稀释，又生成橙色沉淀。

(2)取供试品溶液，用稀硫酸酸化，加10%硫脲溶液，即显深黄色。

钾盐

(1)取铂丝，用盐酸湿润后，蘸取供试品，在无色火焰中燃烧，火焰即显紫色；但有少量的钠盐混存时，须隔蓝色玻璃透视，方能辨认。

(2)取供试品，加热炽灼除去可能杂有的铵盐，放冷后，加水溶解，再加0.1%四苯硼钠溶液与醋酸，即生成白色沉淀。

铁盐

亚铁盐 (1)取供试品溶液，滴加铁氰化钾试液，即生成深蓝色沉淀；分离，沉淀在稀盐酸中不溶，但加氢氧化钠试液，即生成棕色沉淀。

(2)取供试品溶液，加1%邻二氮菲的乙醇溶液数滴，即显深红色。

铁盐 (1)取供试品溶液，滴加亚铁氰化钾试液，即生成深蓝色沉淀；分离，沉淀在稀盐酸中不溶，但加氢氧化钠试液，即生成棕色沉淀。

(2)取供试品溶液，滴加硫氰酸铵试液，即显血红色。

铵盐

(1)取供试品，加过量的氢氧化钠试液后，加热，即分解，发生氨臭；遇用水湿润的红色石蕊试纸，能使之变蓝色，并能使硝酸亚汞试液湿润的滤纸显黑色。

(2)取供试品溶液，加碱性碘化汞钾试液1滴，即生成红棕色沉淀。

银盐

(1)取供试品溶液，加稀盐酸，即生成白色凝乳状沉淀；分离，沉淀能在氨试液中溶解，加稀硝酸酸化后，沉淀复生成。

(2)取供试品的中性溶液，滴加铬酸钾试液，即生成砖红色沉淀；分离，沉淀能在硝酸中溶解。

铜盐

(1)取供试品溶液，滴加氨试液，即生成淡蓝色沉淀；再加过量的氨试液，沉淀即溶解，生成深蓝色溶液。

(2)取供试品溶液，加亚铁氰化钾试液，即显红棕色或生成红棕色沉淀。

锂盐

(1)取供试品溶液，加氢氧化钠试液碱化后，加入碳酸钠试液，煮沸，即生成白色沉淀；分离，沉淀能在氯化铵试液中溶解。

(2)取铂丝，用盐酸湿润后，蘸取供试品，在无色火焰中燃烧，火焰显胭脂红色。

(3)取供试品适量，加入稀硫酸或可溶性硫酸盐溶液，不生成沉淀(与锶盐区别)。

硫酸盐

(1)取供试品溶液，滴加氯化钡试液，即生成白色沉淀；分离，沉淀在盐酸或硝酸中均不溶解。

(2)取供试品溶液，滴加醋酸铅试液，即生成白色沉淀；分离，沉淀在醋酸铵试液或氢氧化钠试液中溶解。

(3)取供试品溶液，加盐酸，不生成白色沉淀(与硫代硫酸盐区别)。

硝酸盐

(1)取供试品溶液，置试管中，加等量的硫酸，小心混合，冷后，沿管壁加硫酸亚铁试液，使成两液层，接界面显棕色。

(2)取供试品溶液，加硫酸与铜丝(或铜屑)，加热，即发生红棕色的蒸气。

(3)取供试品溶液，滴加高锰酸钾试液，紫色不应褪去(与亚硝酸盐区别)。

锌盐

(1)取供试品溶液，加亚铁氰化钾试液，即生成白色沉淀；分离，沉淀在稀盐酸中不溶解。

(2)取供试品制成中性或碱性溶液，加硫化钠试液，即生成白色沉淀。

锑盐

(1)取供试品溶液，加醋酸成酸性后，置水浴上加热，趁热加硫代硫酸钠试液数滴，逐渐生成橙红色沉淀。

(2)取供试品溶液，加盐酸成酸性后，通硫化氢，即生成橙色沉淀；分离，沉淀能在硫化铵试液或硫化钠试液中溶解。

铝盐

(1)取供试品溶液，滴加氢氧化钠试液，即生成白色胶状沉淀；分离，沉淀能在过量的氢氧化钠试液中溶解。

(2)取供试品溶液，加氨试液至生成白色胶状沉淀，滴加茜素磺酸钠指示液数滴，沉淀即显樱红色。

氯化物

(1)取供试品溶液，加稀硝酸使成酸性后，滴加硝酸银试液，即生成白色凝乳状沉淀；分离，沉淀加氨试液即溶解，再加稀硝酸酸化后，沉淀复生成。如供试品为生物碱或其他有机碱的盐酸盐，须先加氨试液使成碱性，将析出的沉淀滤过除去，取滤液进行试验。

(2)取供试品少量，置试管中，加等量的二氧化锰，混匀，加硫酸湿润，缓缓加热，即发生氯气，能使用水湿润的碘化钾淀粉试纸显蓝色。

溴化物

(1)取供试品溶液，滴加硝酸银试液，即生成淡黄色凝乳状沉淀；分离，沉淀能在氨试液中微溶，但在硝酸中几乎不溶。

(2)取供试品溶液，滴加氯试液，溴即游离，加三氯甲烷振摇，三氯甲烷层显黄色或红棕色。

碘化物

(1)取供试品溶液,滴加硝酸银试液,即生成黄色凝乳状沉淀;分离,沉淀在硝酸或氨试液中均不溶解。

(2)取供试品溶液,加少量的氯试液,碘即游离;如加三氯甲烷振摇,三氯甲烷层显紫色;如加淀粉指示液,溶液显蓝色。

硼酸盐

(1)取供试品溶液,加盐酸成酸性后,能使姜黄试纸变成棕红色;放置干燥,颜色即变深,用氨试液湿润,即变为绿黑色。

(2)取供试品,加硫酸,混合后,加甲醇,点火燃烧,即发生边缘带绿色的火焰。

碳酸盐与碳酸氢盐

(1)取供试品溶液,加稀酸,即泡沸,发生二氧化碳气,导入氢氧化钙试液中,即生成白色沉淀。

(2)取供试品溶液,加硫酸镁试液,如为碳酸盐溶液,即生成白色沉淀;如为碳酸氢盐溶液,须煮沸,始生成白色沉淀。

(3)取供试品溶液,加酚酞指示液,如为碳酸盐溶液,即显深红色;如为碳酸氢盐溶液,不变色或仅显微红色。

镁盐

(1)取供试品溶液,加氨试液,即生成白色沉淀;滴加氯化铵试液,沉淀溶解;再加磷酸氢二钠试液1滴,振摇,即生成白色沉淀。分离,沉淀在氨试液中不溶解。

(2)取供试品溶液,加氢氧化钠试液,即生成白色沉淀。分离,沉淀分成两份,一份中加过量的氢氧化钠试液,沉淀不溶解;另一份中加碘试液,沉淀转成红棕色。

醋酸盐

(1)取供试品,加硫酸和乙醇后,加热,即分解产生乙酸乙酯的香气。

(2)取供试品的中性溶液,加三氯化铁试液1滴,溶液呈深红色,加稀无机酸,红色即褪去。

磷酸盐

(1)取供试品的中性溶液,加硝酸银试液,即生成浅黄色沉淀;分离,沉淀在氨试液或稀硝酸中均易溶解。

(2)取供试品溶液,加氯化铵镁试液,即生成白色结晶性沉淀。

(3)取供试品溶液,加钼酸铵试液与硝酸后,加热即生成黄色沉淀;分离,沉淀能在氨试液中溶解。

附录Ⅷ K 铵盐检查法

除另有规定外,取各品种项下规定量的供试品,置蒸馏瓶中,加无氨蒸馏水200ml,加氧化镁1g,加热蒸馏,馏出液导入加有稀盐酸1滴与无氨蒸馏水5ml的50ml纳氏比色管中,俟馏出液达40ml时,停止蒸馏,加氢氧化钠试液5滴,加无氨蒸馏水至50ml,加碱性碘化汞钾试液2ml,摇匀,放置15分钟,如显色,与标准氯化铵溶液2ml按上述方法制成的对照溶液比较,即得。

标准氯化铵溶液的制备 ■称取氯化铵29.7mg,置1000ml量瓶中,加水适量使溶解并稀释至刻度,摇匀,即得(每1ml相当于10μg的NH_4)。■[订正]

附录Ⅷ Q 热分析法

■热分析法是利用温度和(或)时间关系来准确测量物质理化性质变化的关系,研究物质受热过程所发生的晶型转变、熔融、蒸发、脱水等物理变化或热分解、氧化等化学变化以及伴随发生的温度、能量或重量改变的方法。

物质在加热或冷却过程中,当发生相变或化学反应时,必然伴随着热量的吸收或释放;同时根据相律,物相转化时的温度(如熔点、沸点等)保持不变。纯物质具有特定的物相转换温度和相应的热焓变化值(ΔH)。这些常数可用于物质的定性分析,而供试品的实际测定值与这些常数的偏离及其偏离程度又可用于定量检查供试品的纯度。

热分析法可广泛应用于物质的多晶型、物相转化、结晶水、结晶溶剂、热分解以及药物的纯度、相容性与稳定性等研究中。

一、热重分析

热重分析是在程序控制温度下,测量物质的重量与温度关系的一种技术。记录的重量变化与温度或时间的关系曲线即热重曲线(TG曲线)。由于物相变化(如失去结晶水、结晶溶剂,或热分解等)时的温度保持不变,所以热重曲线通常呈台阶状,重量基本不变的区段称平台。利用这种特性,可以方便地区分样品中所含水分是吸附水(或吸附溶剂)还是结晶水(或结晶溶剂),并根据平台之间的失重率可以计算出所含结晶水(或结晶溶剂)的分子比。

通常,在加热过程中,吸附水(或吸附溶剂)的失去是一个渐进过程,而结晶水(或结晶溶剂)的失去则发生在特定的温度或温度范围(与升温速率有关),在此温度由于失重率发生了突跃而呈台阶状。

热重法可用于某些药物的干燥失重或水分测定。当选择热重法作为样品中的水分测定方法时,应确保样品中不含有其他挥发性成分。

仪器应根据操作规程,定期使用有证标准物质对温度(高纯铟或锌等)、天平(一水草酸钙等)进行校准,以保证检测结果的准确性。

二、差热分析与差示扫描量热分析

在对供试品与热惰性的参比物进行同时加热(或冷却)的条件下,当供试品发生某种物理或化学的变化时,将使热效应改变,供试品和参比物质之间将产生温度差(ΔT)。这种在程序控制温度下,测定供试品与参比物之间温度差与温度(或时间)关系的技术称为差热分析(DTA)。而测量输给供试品与参比物热量差(dQ/dT)与温度(或时间)关系的技术称差示扫描量热分析(DSC)。

差示扫描量热分析仪可分为功率补偿型和热流型。功率补偿型差示扫描量热分析仪可自动调节输给供试品的加热功

率，以补偿供试品发生变化时的热效应，从而使供试品与参比物之间的温度始终保持不变($\Delta T=0$)。由于$\Delta T=0$，所以供试品与参比物之间没有附加的热传导。热流型差示扫描量热分析仪是在输给供试品与参比物相同的功率条件下，测定供试品与参比物两者的温度差(ΔT)，通过热流方程将温度差(ΔT)换算成热量差(dQ/dT)。热流型差示扫描量热分析仪应用较为广泛。差示扫描量热分析的定量测定准确度通常好于差热分析。

DTA曲线与DSC曲线的形状极为相似，横坐标均为温度T(或时间t)，不同之处仅在于前者的纵坐标为ΔT而后者为dQ/dT。在两者的曲线上，随样品不同而显示不同的吸热峰或放热峰。

在差热分析或差示扫描量热分析中，可使用α-氧化铝作为惰性参比物，通常可以采用α-氧化铝空坩埚或其他惰性空坩埚作为参比物应用。

仪器应根据操作规程，定期使用有证标准物质对温度(高纯铟或锌等)进行校准，以保证检测结果的准确性。

差热分析与差示扫描量热分析可用于下列数据的测量。

1. 转换温度

DTA或DSC两种实验方法均客观地记录了物质状态发生变化时的温度。例如熔融曲线可显示熔融发生时的温度(onset值)和峰值温度(peak值)。但这两种温度值与熔点值可能并不一致(由于升温速率等影响)。

2. 转换热焓

吸热或放热峰的峰面积正比于相应的热焓变化，即：

$$M\cdot\Delta H=K\cdot A$$

式中　M为物质的质量；

ΔH为单位质量物质的转换热焓；

A为实测的峰面积；

K为仪器常数。

先用已知ΔH值的标准物质测定仪器常数K后，即可方便地利用上式由实验求取样品的转换热焓。

当不同样品的化学成分相同，而差热分析或差示扫描量热分析获得的测量转换温度值或转换热焓值发生变化时，表明不同样品的晶型固体物质状态存在差异。

3. 纯度

理论上，化学固体纯物质均具有一定的熔点(T_0)或无限窄的熔距，并吸收一定的热量(熔融热焓ΔH_f)。任何熔距的展宽或熔点下降都意味着物质化学纯度的下降。杂质所引起的熔点下降可由范特霍夫方程表示。

$$\frac{dT}{dX_2}=\frac{RT^2}{\Delta H_f}\cdot(k-1) \qquad (1)$$

式中　T为热力学温度，K；

X_2为杂质的浓度(摩尔分数)；

ΔH_f为纯物质的摩尔熔融热焓；

R为气体常数；

k为熔融时杂质在固相与液相中的分配系数。

假定熔融时无固溶体形成，即$k=0$，此时可对式(1)积分，得：

$$X_2=\frac{(T_0-T_m)\Delta H_f}{RT_0^2} \qquad (2)$$

式中　T_0为纯物质的熔点，K；

T_m为供试品的实测熔点，K。

由实验测得ΔH_f、T_0和T_m后，代入式(2)即可求得供试品中杂质的含量。

无定型态固体物质(或非晶态物质)可能没有明确的熔点(T_0)或呈现宽熔距现象，其熔距宽度与物质的化学纯度或晶型纯度无关。无定型固体物质状态亦不符合范特霍夫方程规律。

三、热载台显微镜

热载台显微镜可观测供试品的物相变化过程，通过光学显微镜或偏光显微镜直接观测并记录程序温度控制下供试品变化情况。

热载台显微镜的观察结果可对热重分析、差热分析、差示扫描量热分析给予更直观的物相变化信息。热载台显微镜的温度控制部分需要校准。

四、测定法

热重分析、差热分析、差示扫描量热分析、热载台显微镜分析的测定方法，应按各仪器说明书操作。为了尽可能得到客观、准确、能够重现的热分析曲线或相变规律，首先应在室温至比分解温度(或熔点)高10～20℃的宽范围内做快速升温或降温速率(每分钟10～20℃)的预试验，然后在较窄的温度范围内，以较低的升温或降温速率(必要时可降至每分钟1℃)进行精密的重复试验，以获得准确的热分析结果。

热分析报告应附测定条件，包括仪器型号、温度的校正值、供试品的取用量和制备方法、环境气体、温度变化的方向和速率，以及仪器的灵敏度等。

需要指出的是，利用范特霍夫方程测定纯度时，是建立在杂质不形成固溶体的假设之上的，所以本法的应用具有一定的局限性，特别是当供试品为混晶物质(即不同晶型的混合物熔点值无差异)或熔融时分解的物质，则难以准确地测定其化学或晶型纯度。■[修订]

附录Ⅸ E　粒度和粒度分布测定法

本法用于测定原料药和药物制剂的粒子大小或粒度分布。其中第一法、第二法用于测定药物制剂的粒子大小或限度，第三法用于测定原料药或药物制剂的粒度分布。

第一法(显微镜法)

本法中的粒度，系以显微镜下观察到的长度表示。

目镜测微尺的标定　■照显微鉴别法(《中国药典》2010年版一部附录Ⅱ C)标定。■[修订]

测定法　取供试品，用力摇匀，黏度较大者可按各品种项下的规定加适量甘油溶液(1→2)稀释，照该剂型或各品种项

下的规定，量取供试品，置载玻片上，覆以盖玻片，轻压使颗粒分布均匀，注意防止气泡混入，半固体可直接涂在载玻片上，立即在50～100倍显微镜下检视盖玻片全部视野，应无凝聚现象，并不得检出该剂型或各品种项下规定的 50μm 及以上的粒子。再在 200～500 倍的显微镜下检视该剂型或各品种项下规定的视野内的总粒数及规定大小的粒数，并计算其所占比例(%)。

第二法(筛分法)

筛分法一般分为手动筛分法、机械筛分法与空气喷射筛分法。手动筛分法和机械筛分法适用于测定大部分粒径大于 75μm 的样品。对于粒径小于 75μm 的样品，则应采用空气喷射筛分法或其他适宜的方法。

机械筛分法系采用机械方法或电磁方法，产生垂直振动、水平圆周运动、拍打、拍打与水平圆周运动相结合等振动方式。空气喷射筛分法则采用流动的空气流带动颗粒运动。

筛分试验时需注意环境湿度，防止样品吸水或失水。对易产生静电的样品，可加入 0.5%胶质二氧化硅和(或)氧化铝等抗静电剂，以减小静电作用产生的影响。

1. 手动筛分法

(1)单筛分法 称取各品种项下规定的供试品，置规定号的药筛中(筛下配有密合的接收容器)，筛上加盖。按水平方向旋转振摇至少 3 分钟，并不时在垂直方向轻叩筛。取筛下的颗粒及粉末，称定重量，计算其所占比例(%)。

(2)双筛分法 取单剂量包装的 5 袋(瓶)或多剂量包装的 1 袋(瓶)，称定重量，置该剂型或品种项下规定的上层(孔径大的)药筛中(下层的筛下配有密合的接收容器)，保持水平状态过筛，左右往返，边筛动边拍打 3 分钟。取不能通过大孔径筛和能通过小孔径筛的颗粒及粉末，称定重量，计算其所占比例(%)。

2. 机械筛分法

除另有规定外，取直径为 200mm 规定号的药筛和接收容器，称定重量，根据供试品的容积密度，称取供试品 25～100g，置最上层(孔径最大的)药筛中(最下层的筛下配有密合的接收容器)，筛上加盖。设定振动方式和振动频率，振动 5 分钟。取各药筛与接收容器，称定重量，根据筛分前后的重量差异计算各药筛上和接收容器内颗粒及粉末所占比例(%)。重复上述操作直至连续两次筛分后，各药筛上遗留颗粒及粉末重量的差异不超过前次遗留颗粒及粉末重量的 5%或两次重量的差值不大于 0.1g；若某一药筛上遗留颗粒及粉末的重量小于供试品取样量的 5%，则该药筛连续两次的重量差异应不超过 20%。

3. 空气喷射筛分法

每次筛分时仅使用一个药筛。如需测定颗粒大小分布，应从孔径最小的药筛开始顺序进行。除另有规定外，取直径为 200mm 规定号的药筛，称定重量，根据供试品的容积密度，称取供试品 25～100g，置药筛中，筛上加盖。设定压力，喷射 5 分钟。取药筛，称定重量，根据筛分前后的重量差异计算药筛上颗粒及粉末所占比例(%)。重复上述操作直至连续两次筛分后，药筛上遗留颗粒及粉末重量的差异不超过前次遗留颗粒及粉末重量的 5%或两次重量的差值不大于 0.1g；若药筛上遗留的颗粒及粉末重量小于供试品取样量的 5%，则连续两次的重量差异应不超过 20%。

第三法(光散射法)

单色光束照射到颗粒供试品后即发生散射现象。由于散射光的能量分布与颗粒的大小有关，通过测量散射光的能量分布(散射角)，依据米氏散射理论和弗朗霍夫近似理论，即可计算出颗粒的粒度分布。本法的测量范围可达 0.02～3500μm。所用仪器为激光散射粒度分布仪。

1. 对仪器的一般要求

散射仪 光源发出的激光强度应稳定，并且能够自动扣除电子背景和光学背景等的干扰。

采用粒径分布特征值〔$d(0.1)$、$d(0.5)$、$d(0.9)$〕已知的"标准粒子"对仪器进行评价。通常用相对标准偏差(RSD)表征"标准粒子"的粒径分布范围，当 RSD 小于 50%(最大粒径与最小粒径的比率约为 10∶1)时，平行测定 5 次，"标准粒子"的$d(0.5)$均值与其特征值的偏差应小于 3%，平行测定的 RSD 不得过 3%；"标准粒子"的 $d(0.1)$和 $d(0.9)$均值与其特征值的偏差均应小于 5%，平行测定的 RSD 均不得过 5%；对粒径小于 10μm 的"标准粒子"，测定的 $d(0.5)$均值与其特征值的偏差应小于 6%，平行测定的 RSD 不得过 6%；$d(0.1)$和 $d(0.9)$的均值与其特征值的偏差均应小于 10%，平行测定的 RSD 均不得过 10%。

2. 测定法

根据供试品的性状和溶解性能，选择湿法测定或干法测定；湿法测定用于测定混悬供试品或不溶于分散介质的供试品，干法测定用于测定水溶性或无合适分散介质的固态供试品。

湿法测定 湿法测定的检测下限通常为 20nm。

根据供试品的特性，选择适宜的分散方法使供试品分散成稳定的混悬液；通常可采用物理分散的方法如超声、搅拌等，通过调节超声功率和搅拌速度，必要时可加入适量的化学分散剂或表面活性剂，使分散体系成稳定状态，以保证供试品能够均匀稳定地通过检测窗口，得到准确的测定结果。

只有当分散体系的双电层电位(ζ 电位)处于一定范围内，体系才处于稳定状态，因此，在制备供试品的分散体系时，应注意测量体系 ζ 电位，以保证分散体系的重现性。

湿法测量所需要的供试品量通常应达到检测器遮光度范围的 8%～20%；最先进的激光粒度仪对遮光度的下限要求可低至 0.2%。

干法测定 干法测定的检测下限通常为 200nm。

通常采用密闭测量法，以减少供试品吸潮。选用的干法进样器及样品池需克服偏流效应，根据供试品分散的难易，调节分散器的气流压力，使不同大小的粒子以同样的速度均匀稳定地通过检测窗口，以得到准确的测定结果。

对于化学原料药，应采用喷射式分散器。在样品盘中先加入适量的金属小球，再加入供试品，调节振动进样速度、分

散气压(通常为0～0.4MPa)和样品出口的狭缝宽度，以控制供试品的分散程度和通过检测器的供试品量。

干法测量所需要的供试品量通常应达到检测器遮光度范围的0.5%～5%。

【附注】

(1)仪器光学参数的设置与供试品的粒度分布有关。粒径大于10μm的微粒，对系统折光率和吸光度的影响较小；粒径小于10μm的微粒，对系统折光率和吸光度的影响较大。在对不同原料和制剂的粒度进行分析时，目前还没有成熟的理论用于指导对仪器光学参数的设置，应由实验比较决定，并采用标准粒子对仪器进行校准。

(2)对有色物质、乳化液和粒径小于10μm的物质进行粒度分布测量时，为了减少测量误差，应使用米氏理论计算结果，避免使用以弗朗霍夫近似理论为基础的计算公式。

(3)对粒径分布范围较宽的供试品进行测定时，不宜采用分段测量的方法，而应使用涵盖整个测量范围的单一量程检测器，以减少测量误差。

附录ⅩC　溶出度测定法

溶出度系指活性药物从片剂、胶囊剂或颗粒剂等制剂在规定条件下溶出的速率和程度。凡检查溶出度的制剂，不再进行崩解时限的检查。

第一法(篮法)

仪器装置

(1)转篮　分篮体与篮轴两部分，均为不锈钢或其他惰性材料(所用材料不应有吸附作用或干扰试验中供试品活性药物成分的测定)制成，其形状尺寸如图1所示。篮体A由方孔筛网(丝径为0.28mm±0.03mm，网孔为0.40mm±0.04mm)制成，呈圆柱形，转篮内径为20.2mm±1.0mm，上下两端都有封边。篮轴B的直径为9.75mm±0.35mm，轴的末端连一圆盘，作为转篮的盖；盖上有一通气孔(孔径为2.0mm±0.5mm)；盖边系两层，上层直径与转篮外径相同，下层直径与转篮内径相同；盖上的3个弹簧片与中心呈120°角。

(2)溶出杯　由硬质玻璃或其他惰性材料制成的透明或棕色的、底部为半球形的1000ml杯状容器，内径为102mm±4mm，高为185mm±25mm；溶出杯配有适宜的盖子，防止在试验过程中溶出介质的蒸发；盖上有适当的孔，中心孔为篮轴的位置，其他孔供取样或测量温度用。溶出杯置恒温水浴中或其他适当的加热装置。

(3)篮轴与电动机相连，由速度调节装置控制电动机的转速，使篮轴的转速在各品种项下规定转速的±4%范围之内。运转时整套装置应保持平稳，均不能产生明显的晃动或振动(包括装置所处的环境)。转篮旋转时，篮轴与溶出杯的垂直轴在任一点的偏离均不得大于2mm，转篮下缘的摆动幅度不得偏离轴心1.0mm。

(4)仪器一般配有6套以上测定装置。

测定法　测定前，应对仪器装置进行必要的调试，使转篮底部距溶出杯的内底部25mm±2mm。分别量取经脱气处理的溶出介质，置各溶出杯内，实际量取的体积与规定体积的偏差应不超过±1%，待溶出介质温度恒定在37℃±0.5℃后，取供试品6片(粒、袋)，分别投入6个干燥的转篮内，将转篮降入溶出杯中，注意供试品表面上不要有气泡，按各品种项下规定的转速启动仪器，计时；至规定的取样时间(实际取样时间与规定时间的差异不得过±2%)，吸取溶出液适量(取样位置应在转篮顶端至液面的中点，距溶出杯内壁不小于10mm处；须多次取样时，所量取溶出介质的体积之和应在溶出介质的1%之内，如超过总体积的1%时，应及时补充相同体积的温度为37℃±0.5℃的溶出介质，或在计算时加以校正)，立即用适当的微孔滤膜滤过，自取样至滤过应在30秒钟内完成。取澄清滤液，照该品种项下规定的方法测定，计算每片(粒、袋)的溶出量。

结果判定　符合下述条件之一者，可判为符合规定：

(1)6片(粒、袋)中，每片(粒、袋)的溶出量按标示量计算，均不低于规定限度(Q)；

(2)6片(粒、袋)中，如有1～2片(粒、袋)低于Q，但不低于Q－10%，且其平均溶出量不低于Q；

(3)6片(粒、袋)中，有1～2片(粒、袋)低于Q，其中仅有1片(粒、袋)低于Q－10%，但不低于Q－20%，且其平均溶出量不低于Q时，应另取6片(粒、袋)复试；初、复试的12片(粒、袋)中有1～3片(粒、袋)低于Q，其中仅有1片(粒、袋)低于Q－10%，但不低于Q－20%，且其平均溶出量不低于Q。

以上结果判断中所示的10%、20%是指相对于标示量的百分率(%)。

第二法(桨法)

仪器装置　除将转篮换成搅拌桨外，其他装置和要求与第一法相同。搅拌桨的下端及桨叶部分可使用涂有适当的惰性材料(如聚四氟乙烯)，其形状尺寸如图2所示。桨杆旋转时，桨轴与溶出杯的垂直轴在任一点的偏差均不得大于2mm；搅拌桨旋转时A、B两点的摆动幅度不得超过0.5mm。

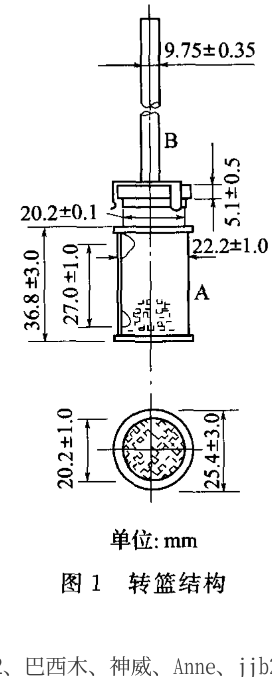


图1　转篮结构

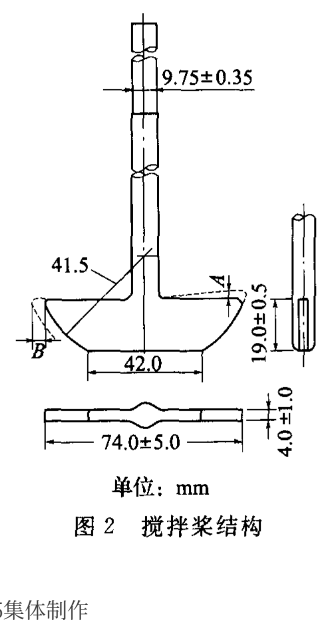


图2　搅拌桨结构

测定法　测定前，应对仪器装置进行必要的调试，使桨叶底部距溶出杯的内底部25mm±2mm。分别量取经脱气处理的溶出介质，置各溶出杯内，实际量取的体积与规定体积的偏差应不超过±1%，待溶出介质温度恒定在37℃±0.5℃后，取供试品6片（袋、粒），分别投入6个溶出杯内（当品种项下规定需要使用沉降篮或其他沉降装置时，可将片剂或胶囊剂先装入规定的沉降篮内。沉降篮的形状尺寸如图3所示），注意供试品表面上不要有气泡，按各品种项下规定的转速启动仪器，计时；至规定的取样时间（实际取样时间与规定时间的差异不得过±2%），吸取溶出液适量（取样位置应在桨叶顶端至液面的中点，距溶出杯内壁不小于10mm处；须多次取样时，操作同第一法），立即用适当的微孔滤膜滤过，自取样至滤过应在30秒钟内完成。取澄清滤液，照各品种项下规定的方法测定，计算每片（袋、粒）的溶出量。

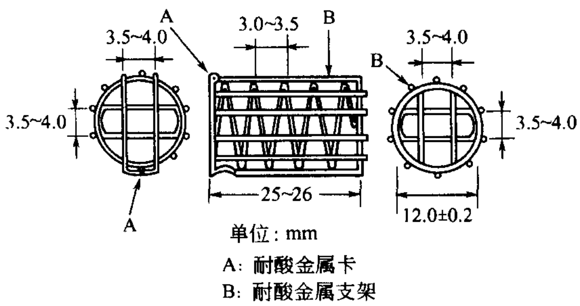


图3　沉降篮结构

结果判定　同第一法。

第三法（小杯法）

仪器装置　如图4。

（1）搅拌桨　形状尺寸如图5所示。桨杆上部直径为9.75mm±0.35mm，桨杆下部直径为6.0mm±0.2mm；桨杆旋转时，桨轴与溶出杯的垂直轴在任一点的偏差均不得大于2mm；搅拌桨旋转时，A、B两点的摆动幅度不得超过0.5mm。

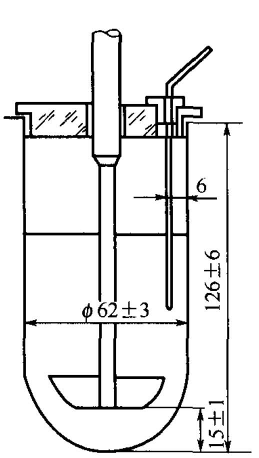


图4　小杯法仪器装置

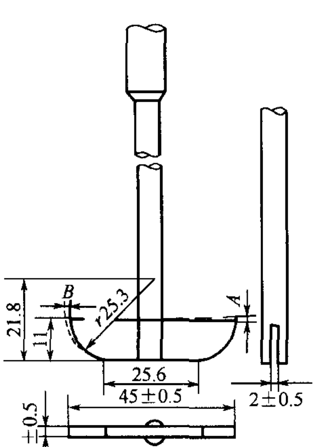


图5　小杯法搅拌桨结构

（2）溶出杯　由硬质玻璃或其他惰性材料制成的透明或棕色的、底部为半球形的250ml杯状容器，内径为62mm±3mm，高为126mm±6mm，其他要求同第一法仪器装置（2）。

（3）桨杆与电动机相连，转速应在各品种项下规定转速的±4%范围内。其他要求同第二法。

测定法　测定前，应对仪器装置进行必要的调试，使桨叶底部距溶出杯的内底部15mm±2mm。分别量取经脱气处理的溶出介质，置各溶出杯内，实际量取的体积与规定体积的偏差应不超过±1%（当品种项下规定需要使用沉降装置时，可将片剂或胶囊剂先装入规定的沉降装置内）。以下操作同第二法。取样位置应在桨叶顶端至液面的中点，距溶出杯内壁不小于6mm处。

结果判定　同第一法。

■以上三种测定法中，当采用原位光纤实时测定法测定时，赋形剂的干扰应可以忽略，或可以通过设定参比波长等方法消除；该方法特别适用于溶出曲线的测定。■【增订】

【溶出条件和注意事项】

（1）溶出度仪的适用性及性能确认试验　除仪器的各项机械性能应符合上述规定外，还应用溶出度标准片对仪器进行性能确认试验，按照标准片的说明书操作，试验结果应符合标准片的规定。

（2）溶出介质　应使用各品种项下规定的溶出介质，并应新鲜制备和经脱气处理（溶解的气体在试验过程中可能形成气泡，从而影响试验结果，因此溶解的气体应在试验之前除去。可采用下列方法进行脱气处理：取溶出介质，在缓慢搅拌下加热至约41℃，并在真空条件下不断搅拌5分钟以上；或采用煮沸、超声、抽滤等其他有效的除气方法）；如果溶出介质为缓冲液，当需要调节pH值时，一般调节pH值至规定pH值±0.05之内。

（3）如胶囊壳对分析有干扰，应取不少于6粒胶囊，尽可能完全地除尽内容物，置同一溶出杯内，按该品种项下规定的分析方法测定每个空胶囊的空白值，作必要的校正。如校正值大于标示量的25%，试验无效。如校正值不大于标示量的2%，可忽略不计。

附录XIX N　抑菌剂效力检查法指导原则

抑菌剂效力检查法系用于测定灭菌、非灭菌制剂中抑菌剂的活性，以评价最终产品的抑菌效力，同时也可用于指导生产企业在研发阶段制剂中抑菌剂浓度的确定。

如果药物本身不具有充分的抗菌活性，那么应根据制剂特性（如水溶液制剂）添加适宜的抑菌剂，以防止制剂在正常贮藏和使用过程中可能发生的微生物污染和繁殖使药物发生变质而对使用者造成危害，尤其是多剂量包装的制剂。

在药品生产过程中，抑菌剂不能用于替代药品生产的GMP管理，不能作为非灭菌制剂降低微生物污染的唯一途径，也不能作为控制多剂量包装制剂灭菌前的生物负载的手段。

所有抑菌剂都具有一定的毒性，制剂中抑菌剂的量应为最低有效量。同时，为保证用药安全，最终包装容器中的抑菌

剂有效浓度应低于对人体有害的浓度。

在制剂通则中要求具有抗菌活性的制剂，不管是添加的抑菌剂，还是药物本身具有抗菌活性，在药物研发阶段，均应确认其抗菌效力。抑菌剂的抗菌效力在贮存过程中有可能因药物的成分或包装容器等因素影响而提高或降低，因此，应验证最终容器中的抑菌剂效力在效期内不因贮藏条件而降低。

本试验方法和抑菌剂抑菌效力判断标准用于包装未启开的成品制剂。

产品分类

进行本试验的药品分为四类（表1），以便标准的制定和执行。

表1 产品分类

类别	药品
1类	注射剂、其他非肠道制剂，包括乳剂、耳用制剂、无菌鼻用制剂及眼用制剂
2类	局部给药制剂、非灭菌鼻用制剂及用于黏膜的乳剂
3类	口服非固体制剂（非抗酸制剂）
4类	非固体抗酸制剂

培养基

培养基的制备

1.胰酪胨大豆肉汤培养基(TSB)

酪蛋白胨	17.0g	磷酸二氢钾	2.5g
大豆木瓜蛋白酶消化物	3.0g	氯化钠	5.0g
葡萄糖	2.5g	水	1000ml

除葡萄糖外，取上述成分混合，微温溶解，调pH值约7.0，煮沸，加入葡萄糖溶解后，摇匀，滤清，调节pH值使灭菌后为7.3±0.2，分装，灭菌。

2.胰酪胨大豆琼脂培养基(TSA)

■胰酪胨	15.0g	氯化钠	5.0g
大豆木瓜蛋白酶水解物	5.0g	琼脂	15.0g
纯化水	1000ml		

除琼脂外，取上述成分，混合，微温溶解，调节pH值使灭菌后在25℃的pH值为7.3±0.2，加入琼脂，加热溶化后，摇匀，分装，灭菌。■[订正]

3.沙氏葡萄糖液体培养基、沙氏葡萄糖琼脂培养基

照微生物限度检查法（附录Ⅺ J）制备。

培养基的适用性检查

抑菌剂效力测定用培养基应进行培养基的适用性检查，包括成品培养基、由脱水培养基或按处方配制的培养基均应检查。

菌种 试验所用的菌株传代次数不得超过5代（从菌种保藏中心获得的冷冻干燥菌种为第0代），并采用适宜的菌种保藏技术进行保存，以保证试验菌株的生物学特性。

铜绿假单胞菌(*Pseudomonas aeruginosa*)〔CMCC(B)10 104〕

大肠埃希菌(*Escherichia coli*)〔CMCC(B) 44 102〕

金黄色葡萄球菌(*Staphylococcus aureus*)〔CMCC(B) 26 003〕

白色念珠菌(*Candida albicans*)〔CMCC(F) 98 001〕

黑曲霉(*Aspergillus niger*)〔CMCC(F) 98 003〕

菌液制备 接种大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌的新鲜培养物至胰酪胨大豆肉汤培养基中，30～35℃培养18～24小时；接种白色念珠菌的新鲜培养物至沙氏葡萄糖液体培养基中，20～25℃培养24～48小时。上述培养物用0.9%无菌氯化钠溶液制成每1ml含菌数为50～100cfu的菌悬液。接种黑曲霉的新鲜培养物至沙氏葡萄糖琼脂斜面培养基中，20～25℃培养5～7天，加入3～5ml含0.05%(ml/ml)聚山梨酯80的0.9%无菌氯化钠溶液，将孢子洗脱。然后，采用适宜方法吸出孢子悬液至无菌试管内，用含0.05%(ml/ml)聚山梨酯80的0.9%无菌氯化钠溶液制成每1ml含孢子数50～100cfu的孢子悬液。

菌液制备后若在室温下放置，应在2小时内使用；若保存在2～8℃，可在24小时内使用。黑曲霉孢子悬液可保存在2～8℃，在验证过的贮存期内使用。

适用性检查 取大肠埃希菌、金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌各50～100cfu，分别注入无菌平皿中，立即倾注胰酪胨大豆琼脂培养基，每株试验菌平行制备2个平皿，混匀，凝固，置30～35℃培养48小时，计数；取白色念珠菌、黑曲霉各50～100cfu，分别注入无菌平皿中，立即倾注沙氏葡萄糖琼脂培养基，每株试验菌平行制备2个平皿，混匀，凝固，置20～25℃培养72小时，计数；同时，用对应的对照培养基替代被检培养基进行上述试验。

结果判定 若被检培养基上的菌落平均数不小于对照培养基上菌落平均数的70%，且菌落形态大小与对照培养基上的菌落一致，判该培养基的适用性检查符合规定。

抑菌剂效力测定

菌种 同培养基的适用性检查，若需要，制剂中常见的污染微生物也可作为试验菌株。

菌液制备 接种铜绿假单胞菌、金黄色葡萄球菌、大肠埃希菌的新鲜培养物至胰酪胨大豆肉汤培养基或胰酪胨大豆琼脂培养基中，30～35℃培养18～24小时；接种白色念珠菌于沙氏葡萄糖液体培养基或沙氏葡萄糖琼脂培养基中，20～25℃培养24～48小时。若为琼脂培养物，加入适量的0.9%无菌氯化钠溶液将琼脂表面的培养物洗脱，然后，用适宜方法吸出菌悬液至无菌试管内，加入适量的0.9%无菌氯化钠溶液并采用比浊法制成每1ml含菌数约为10^8cfu的菌悬液。若为液体培养物，用离心法收集菌体，并用0.9%无菌氯化钠溶液冲洗，采用比浊法制成每1ml含菌数约为10^8cfu的菌悬液。接种黑曲霉的新鲜培养物至沙氏葡萄糖琼脂培养基中，23～28℃培养5～7天，加入3～5ml含0.05%(ml/ml)聚山梨酯80的0.9%无菌氯化钠溶液，将孢子洗脱，然后，用适宜方法吸出孢子悬液至无菌试管内，加入适量的含0.05%

(ml/ml)聚山梨酯 80 的 0.9%无菌氯化钠溶液并采用比浊法制成每 1ml 含孢子数10^8cfu的孢子悬液。同时采用平皿法测定 1ml 菌悬液的菌数。

菌液制备后若在室温下放置,应在 2 小时内使用;若保存在 2～8℃,可在 24 小时内使用。黑曲霉的孢子悬液可保存在 2～8℃,在 1 周内使用。

供试品接种 抑菌剂效力可能受试验用容器特征的影响,如容器的材质、形状、体积及封口的方式等。因此,只要供试品每个包装容器的装量足够试验用,同时容器便于按无菌操作技术接入试验菌液、混合及取样等,一般应将试验菌直接接种于供试品原包装容器中进行贮存。若因供试品的性状或每个容器装量等因素需将供试品转移至无菌容器时,该容器的材质不得影响供试品的特性(如吸附作用),特别应注意不得影响供试品的 pH,pH 对抑菌剂的活性影响很大,同时容器的口径大小应便于供试品的进出及混匀。

取包装完整的供试品至少 5 份,直接接种试验菌,或取适量供试品分别转移至 5 个适宜的无菌容器中(若试验菌株数超过 5 株,应增加相应的供试品份数),每一容器接种一种试验菌,1、2、3 类供试品中 1g 或 1ml 接种菌量为 10^5～10^6cfu,4 类供试品中 1g 或 1ml 接种菌量为 10^3～10^4cfu,接种菌液的体积不得超过供试品体积的 0.5%～1%,充分混合,使供试品中的试验菌均匀分布。然后将接种的供试品在试验期间置 20～25℃,避光贮存,贮存温度的变化应尽可能控制在最小范围,并防止被污染。

存活菌数测定 根据产品类型,在供试品刚接种(0 时)及表 2 规定的间隔时间,分别从上述每个容器中取供试品 1ml(g),用 pH 7.0 无菌氯化钠-蛋白胨缓冲液稀释成 1∶10、1∶10^2、1∶10^3等稀释级。采用平皿法或薄膜过滤法(照附录 XI J 微生物限度检查法,其中测定细菌用胰酪胨大豆琼脂培养基,测定真菌用沙氏葡萄糖琼脂培养基)测定每份供试品中所含的菌数。菌数测定方法应进行验证,验证方法按微生物限度检查法(附录 XI J)中的"计数方法的验证"进行,其中测定细菌用胰酪胨大豆琼脂培养基,测定真菌用沙氏葡萄糖琼脂培养基。

根据菌数测定结果,计算 1ml(g)供试品各试验菌所加的菌数及各间隔时间的菌数,并换算成 lg 值。

结果判断 抑菌剂效力根据各间隔时间的菌数 lg 值相对于初始值(0 时菌数 lg 值)减少程度进行评价(表 2),试验结果按有效数字的修约规则进舍,保留小数点后 1 位有效数字。结果符合表 2 要求可判定该产品抑菌效力符合规定。

表 2 抑菌剂抑菌效力判断标准

1 类供试品	
细菌	7 天菌数下降不少于 1.0 lg,14 天菌数下降不少于 3.0 lg,14 天到 28 天菌数不增加
真菌	与初始值比,7、14、28 天菌数均不增加
2 类供试品	
细菌	14 天菌数下降不少于 2.0 lg,14 天到 28 天菌数不增加
真菌	与初始值比,14、28 天菌数均不增加
3 类供试品	
细菌	14 天菌数下降不少于 1.0 lg,14 天到 28 天菌数不增加
真菌	与初始值比,14、28 天菌数均不增加
4 类供试品	
细菌,真菌	与初始值比,14、28 天菌数均不增加

注:表中"不增加"是指对前一个测定时间,试验菌增加的数量不超过 0.5 lg。

三　部

新增品种

重组B亚单位/菌体霍乱疫苗(肠溶胶囊)

Chongzu B Yadanwei/Junti Huoluan Yimiao (Changrongjiaonang)

Recombinant B-subunit/Whole Cell Cholera Vaccine(Enteric-coated Capsule)

本品系将霍乱毒素B亚单位基因重组质粒(pMM-CTB)转化大肠杆菌MM2,使其高效表达霍乱毒素B亚单位(CTB),经纯化、冻干制成干粉;O1群霍乱弧菌经培养、灭活、冻干制成菌粉。将两者混合后加入适宜辅料制成肠溶胶囊,用于预防霍乱和产毒性大肠杆菌旅行者腹泻。

1 基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"及国家生物安全防护的有关规定。

2 制造

2.1 原液

2.1.1 混合前原液

2.1.1.1 霍乱菌体原液

应符合本品种附录1"霍乱菌体原液制造及检定要求"中1项的规定。

2.1.1.2 重组霍乱毒素B亚单位原液

应符合本品种附录2"重组霍乱毒素B亚单位原液制造及检定要求"中1项的规定。

2.1.2 原液检定

2.1.2.1 霍乱菌体原液

应符合本品种附录1"霍乱菌体原液制造及检定要求"中2项的规定。

2.1.2.2 重组霍乱毒素B亚单位原液

应符合本品种附录2"重组霍乱毒素B亚单位原液制造及检定要求"中2项的规定。

2.1.3 原液冻干

2.1.3.1 霍乱菌体冻干粉

将霍乱菌体原液用稀释液稀释后,冷冻干燥制成菌粉。

2.1.3.2 重组霍乱毒素B亚单位冻干粉

将重组霍乱毒素B亚单位原液用稀释液稀释后,冷冻干燥制成冻干粉。

2.2 半成品

2.2.1 配制

将霍乱菌体冻干粉、重组霍乱毒素B亚单位冻干粉与适宜辅料按一定比例混匀制成药粉,使每粒(240mg)含霍乱菌体5.0×10^{10}个,重组霍乱毒素B亚单位1mg,用于制备胶囊。

2.2.2 半成品检定

按3.1项进行。

2.3 成品

2.3.1 分批

应符合"生物制品分批规程"的规定。

2.3.2 分装

应符合"生物制品分装和冻干规程"及附录Ⅰ F有关规定。

2.3.3 规格

每粒胶囊装量240mg,含霍乱菌体5.0×10^{10}个,重组霍乱毒素B亚单位1mg。

2.3.4 包装

应符合"生物制品包装规程"及附录Ⅰ F有关规定。

3 检定

3.1 半成品检定

微生物限度

依法检查(附录Ⅻ G),每1g半成品细菌数不得超过1000个,霉菌和酵母菌数不得超过100个,不得检出大肠埃希菌。

3.2 成品检定

3.2.1 鉴别试验

3.2.1.1 染色镜检

应为革兰氏阴性弧形杆菌。

3.2.1.2 免疫双扩散法

采用免疫双扩散法(附录Ⅷ C),供试品应与兔抗CTB血清产生与对照品一致的沉淀线。

3.2.2 物理检查

3.2.2.1 外观

胶囊内药粉为淡黄色或浅褐色均匀粉末。

3.2.2.2 装量差异

依法检查(附录Ⅰ F),应符合规定。

3.2.3 崩解时限

依法检查(附录Ⅴ C),应符合规定。

3.2.4 干燥失重

依法检查(附录Ⅶ L),胶囊内容物在80℃干烤至恒重,减失重量应不得超过5.0%。

3.2.5 重组霍乱毒素B亚单位(CTB)含量测定

采用免疫单扩散法测定,CTB含量应为标示量的100%~200%。

用0.9%氯化钠溶液将霍乱毒素B亚单位(CTB)标准品稀释至适宜稀释度,将胶囊内容物用0.9%氯化钠溶液稀释至每1ml含CTB约30μg的供试品溶液,分别加入含适量CTB抗血清的凝胶板中,置湿盒中于37℃孵育扩散适宜时间,染色至沉淀圈显色清晰,用脱色液脱去背景颜色后,测量各沉淀圈的直径,以标准品浓度对数值为纵坐标,对应沉淀圈直径的平均值为横坐标作直线回归,求得直线回归方程。将供试品沉淀圈直径代入回归方程,计算供试品的浓度。

3.2.6 微生物限度

按3.1项进行。

3.2.7 免疫力试验

采用间接酶联免疫法检测免疫组小鼠血清抗体水平，与对照组小鼠血清相比较，免疫组小鼠霍乱弧菌抗体滴度应不低于对照组4倍，免疫组小鼠CTB抗体滴度应不低于对照组8倍。

取胶囊内容物，用磷酸盐缓冲液(pH 7.4)稀释至每1ml含菌1.0×10^9个，免疫体重10～12g小鼠至少10只，每只腹腔注射2次，每次0.5ml(含菌5.0×10^8个)，间隔7天；对照组注射液为磷酸盐缓冲液(pH 7.4)。末次免疫后3～7天眼窝取血，分离血清并将免疫组各只小鼠血清和对照组各只小鼠血清分别等量混合。用含10%小牛血清和0.1%Tween-20的磷酸盐缓冲液(pH 7.4)将上述血清分别稀释400倍待用。

将上述免疫血清稀释至适宜稀释度，以未免疫组小鼠血清为对照，采用间接酶联免疫法分别测定免疫血清中霍乱弧菌抗体和CTB抗体。计算对照组小鼠血清OD值的均值(X)+3SD，选取免疫组小鼠血清系列稀释度中OD值大于对照组X+3SD的最大稀释倍数，以此最大稀释倍数除以对照组血清稀释倍数得到免疫组小鼠抗体滴度倍数。

4 保存、运输及有效期

于2～8℃干燥保存和运输。自生产之日起，有效期24个月。

5 附录

附录1 霍乱菌体原液制造及检定要求

附录2 重组霍乱毒素B亚单位原液制造及检定要求

6 使用说明

应符合“生物制品包装规程”规定和批准的内容。

附录1 霍乱菌体原液制造及检定要求

本品系用O1群古典生物型或Eltor生物型霍乱弧菌经培养、加入甲醛溶液杀菌后冻干制成，用于制备重组B亚单位/菌体霍乱疫苗(肠溶胶囊)。

1 制造

1.1 菌种

生产用菌种应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”的有关规定。

1.1.1 名称及来源

采用霍乱弧菌O1群古典生物型16012菌株或Eltor生物型18001菌株。来源于中国医学细菌保藏管理中心。

1.1.2 种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”的有关规定。

1.1.3 种子批的传代

主种子批菌种启开后传代次数不得超过5代；工作种子批菌种启开后至接种生产用培养基传代次数不得超过5代。

1.1.4 种子批的检定

主种子批应进行以下全面检定，工作种子批应进行1.1.4.1～1.1.4.3(1)项检定。

1.1.4.1 培养特性及染色镜检

将待检菌种接种于pH 7.8～8.2的肉汤琼脂或其他适宜培养基，置37℃培养18～24小时，应为光滑，半透明的圆形菌落。涂片染色镜检应为革兰氏阴性短小弧杆菌。

1.1.4.2 生化反应

发酵甘露糖和蔗糖，产酸不产气，不发酵阿拉伯糖。

1.1.4.3 血清学试验

(1)用特异性血清作玻片凝集反应时，应与本型血清相凝集。

(2)用霍乱弧菌O多价诊断血清(原效价不低于1:640)与18～24小时的O1霍乱弧菌培养物以生理氯化钠溶液稀释成细菌悬液(每1ml含菌1.8×10^9左右)进行定量凝集试验，凝集效价应不低于原血清效价之半。

1.1.4.4 毒力试验

将37℃培养8～16小时的培养物刮入30.0g/L碱性蛋白胨水中，比浊后用胃膜素或其他适宜稀释液稀释成不同浓度的菌悬液。每个浓度的菌悬液用体重18～20g小鼠5只，每只腹腔注射0.5ml，观察3天。计算LD_{50}应不超过2×10^8个菌。

1.1.4.5 抗原性试验

选体重约2.0kg的家兔3只，静脉注射3次，每次0.5ml，第1次注射含菌1.0×10^9，第二次注射含菌2.0×10^9，第三次注射含菌3.0×10^9，每次间隔7天，末次注射后10～14天采血做定量凝集试验，2/3家兔血清之凝集效价达到1:2000(+)即为合格。

1.1.5 种子批的保存

原始种子批和主代种子批应冻干保存于室温。工作种子批为半固体穿刺管室温保存，保存时间24个月。

1.2 原液

制造霍乱疫苗应用O1群古典生物型或Eltor生物型霍乱弧菌(根据流行情况确定)。

1.2.1 生产用种子

启开工作种子批菌种，接种LB培养基，制备生产用工作种子。

1.2.2 生产用培养基

采用改良M9培养基。生产用培养基不得含有使人产生毒性反应或变态反应的物质。

1.2.3 培养收获

1.2.3.1 培养

以液体培养法培养的种子液，用无菌操作注入培养罐内，37℃培养，种子罐4～8小时，发酵罐6～10小时。

1.2.3.2 纯菌检查

培养物涂片进行革兰氏染色镜检，应为革兰氏阴性短小弧杆菌，若镜检发现有杂菌生长，应废弃。

1.2.3.3 杀菌

加入终浓度不超过1%(ml/ml)的甲醛溶液，于37℃杀菌2～3天。

1.2.3.4 杀菌检查

纯菌试验合格的菌液,应取样接种不含琼脂的硫乙醇酸盐培养基,琼脂斜面及碱性琼脂斜面各1管,于37℃培养5天,若有菌生长应废弃。

1.2.3.5 收获

用0.45μm膜进行切向流超滤浓缩获取菌体,超滤后用灭菌生理氯化钠溶液连续洗涤,并制成菌悬液分装于容器中。

2 检定

2.1 染色镜检

应为典型革兰氏阴性短小弧杆菌。

2.2 凝集试验

与霍乱弧菌O多价诊断血清作玻片定性凝集试验,呈阳性反应。

2.3 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。另加试1%碱性蛋白胨水培养基1管,于30~35℃培养,应无菌生长。

2.4 浓度测定

按"中国细菌浊度标准"测定,每1ml含菌应为$5.0\times10^{11}\sim1.05\times10^{12}$。

2.5 游离甲醛残留量

每5.0×10^{10}菌中含游离甲醛不得过0.16mg(附录Ⅶ)。

2.6 霍乱毒素残留量

采用间接ELISA法检测霍乱毒素(CT)残留量,每5.0×10^{10}菌中含霍乱毒素不得过10ng。

以神经节苷脂(GM1)包被,用适宜稀释液将霍乱毒素对照品和供试品稀释至适宜浓度测定。以对照品溶液吸光度对其相应的浓度进行4-参数方程拟合,将供试品OD值代入4-参数方程拟合得到供试品中CT含量。

3 保存及有效期

于2~8℃保存,自收菌之日起保存时间不超过6个月。

附录2 重组霍乱毒素B亚单位原液制造及检定要求

本品系将霍乱毒素B亚单位基因重组质粒(pMM-CTB)转化大肠杆菌MM2,使其高效表达霍乱毒素B亚单位(CTB),纯化后用于配制重组B亚单位/菌体霍乱疫苗(肠溶胶囊)。

1 制造

1.1 工程菌菌种

1.1.1 名称及来源

重组霍乱毒素B亚单位工程菌株系由霍乱毒素B亚单位的重组质粒(pMM-CTB)转化的大肠杆菌*E. Coli* MM2菌株。

1.1.2 种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"的规定。

1.1.3 种子批的传代

主种子批菌种启开后传代次数不得超过5代;工作种子批菌种启开后至接种生产用培养基传代次数不得超过5代。

1.1.4 菌种检定

主种子批和工作种子批的菌种应进行以下各项全面检定。

1.1.4.1 培养特性

应呈典型大肠杆菌集落形态,无其他杂菌生长。

1.1.4.2 染色镜检

应为典型的革兰氏阴性杆菌。

1.1.4.3 对抗生素的抗性

在含氨苄青霉素为50μg/ml的培养基上正常生长。

1.1.4.4 电镜检查(工作种子批可免做)

应为典型的大肠杆菌形态,无支原体、病毒样颗粒及其他微生物污染。

1.1.4.5 生化反应

应符合大肠杆菌生物学性状。

1.4.4.6 重组霍乱毒素B亚单位表达量

用LB培养基或生产用培养基在摇床中培养后,获得的培养物上清液采用间接ELISA法检测,以神经节苷脂(GM1)包被,以兔抗CTB血清为一抗,辣根过氧化酶标记的羊抗兔抗体为二抗。检测结果应为强阳性,P/N值应大于10。

1.1.4.7 质粒检查

工程菌用快速方法或其他适宜方法提取DNA,以琼脂糖凝胶电泳分析应检出一个大小为5.1kb的质粒。该质粒用XbaⅠ和EcoRⅠ双酶切后在琼脂糖凝胶电泳分析时应分别检出2.4kb和2.7kb的DNA带。电泳图谱应与原始重组质粒相符。

1.1.4.8 目的基因核苷酸序列检查(工作种子批可免做)

目的基因核苷酸序列应与批准的序列相符。

1.2 原液

1.2.1 生产用种子

1.2.1.1 将检定合格的工作种子批菌种接种于含氨苄青霉素(100μg/ml)LB斜面培养基,于32℃培养过夜,供种子罐接种用。

1.2.1.2 在灭菌LB培养基中接种种子液,种子罐35℃培养3~8小时,供发酵罐接种用。

1.2.2 生产用培养基

采用不含任何抗生素的改良的M9培养基。

1.2.3 接种和培养

1.2.3.1 在灭菌发酵培养基中接种种子液。

1.2.3.2 35℃通气搅拌发酵培养,异丙基-β-硫代半乳糖苷(IPTG)诱导后培养8~12小时。

1.2.4 收获

调节发酵液至适宜pH,连续离心,流速不高于每分钟1000ml,收集上清液。

1.2.5 纯化

将上清液稀释至适宜电导率后,进行阳离子交换层析纯

化，采用含磷酸盐缓冲液洗脱目标蛋白，在280nm波长下检测层析峰，收集目标峰，得到CTB纯化液。

1.2.6　浓缩

采用适宜截留分子量的超滤膜，浓缩CTB溶液浓度到0.7mg/ml以上。

1.2.7　除菌过滤

将CTB浓缩液进行除菌过滤，分装于适宜容器中，即为CTB原液，于2～8℃保存。

2　原液检定

2.1　CTB浓度测定

用0.9%氯化钠溶液将原液稀释至每1ml含CTB约30μg，按正文3.2.5项进行，CTB浓度应不低于0.7mg/ml。

2.2　电泳纯度

依法测定（附录Ⅳ C），用还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法，分离胶胶浓度为15%，加样量应不低于2.5μg（考马斯亮蓝R250染色法）。经扫描仪扫描，纯度应不低于95.0%。

2.3　分子量

依法测定（附录Ⅳ C），用还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法，分离胶胶浓度为15%，加样量应不低于0.5μg，分子量应为11.6kD±1.2kD。

2.4　抗生素残留量

依法检查（附录Ⅸ A），不应有残余氨苄青霉素活性。

2.5　等电点

依法测定（附录Ⅳ D），主区带等电点应为7.2～8.2，且供试品的等电点图谱应与对照品一致。

2.6　紫外光谱

依法检查（附录Ⅱ A），在光路1cm、波长230～360nm下进行扫描，最大吸收峰波长应为279nm±3nm。

2.7　肽图

供试品的肽图谱应与相应对照品的肽图谱一致。

取供试品适量，用乙酸-乙酸钠缓冲液（pH 3.8）制成每1ml含4mg的溶液，于25℃放置72小时。取此液50μl，加Tris溶液（pH 10.9）150μl，Tris-乙酸缓冲液（pH 8.5）100μl，胰蛋白酶溶液[TPCK处理，用1mol/L乙酸-乙酸钠缓冲液（pH 5.0）制成每1ml含1mg的溶液]40μl，混匀。置37℃水浴24小时后，加40μl冰乙酸终止反应，于10 000转/分钟离心3分钟，依法测定（附录Ⅷ E），其中色谱柱为十八烷基硅烷键合硅胶柱，柱温为45℃，流速为每分钟0.5ml，按下表进行梯度洗脱（表中A为0.1%三氟乙酸的水溶液，B为0.1%三氟乙酸的乙腈溶液）。

时间（分钟）	流动相A%（V/V）	流动相B%（V/V）
0	100	0
10	95	5
30	75	25
45	65	35
60	55	45

2.8　无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

2.9　N端氨基酸序列（至少每年测定一次）

用氨基酸序列分析仪测定，N端序列应为：

Thr-Pro-Gln-Asn-Ile-Thr-Asp-Leu-Cys-Ala-Glu-Tyr-His-Asn-Thr

3　保存及有效期

于2～8℃保存，原液自采集之日起保存时间不超过6个月。

卡介菌多糖核酸注射液

Kajiejun Duotang Hesuan Zhusheye

BCG Polysaccharide and Nucleic Acid Injection

本品系用卡介菌经培养后收集菌体，采用热酚法提取菌体中的多糖与核酸，经纯化后以灭菌生理氯化钠溶液配制而成。不含防腐剂和抗生素。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合“凡例”的有关要求。

卡介菌多糖核酸制造及检定设施必须与其他生物制品制造室严格分开。所需用具如高压锅、冰箱及器具等，均须单独设置并专用。从事卡介菌多糖核酸制造的工作人员及进入卡介菌多糖核酸制造室的人员，必须身体健康，经X线检查无结核病，且以后每年需接受X线检查1～2次，可疑者应暂离卡介菌多糖核酸制造室工作，其健康检查记录必须保存备查。

2　制造

2.1　菌种

生产用菌种应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”规定。

2.1.1　名称及来源

采用卡介菌CMCC95060（D_2PB302）菌株。严禁采用通过动物传代的菌种用于生产。

2.1.2　种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”规定。

2.1.3　种子批的传代

自工作种子批启开至菌体收集，传代应不超过12代。

2.1.4　种子批的检定

2.1.4.1　鉴别试验

（1）培养特性

卡介菌在苏通培养基上生长良好，培养温度为37～39℃之间。抗酸染色应为阳性。在苏通马铃薯培养基上培养的卡介菌应干皱成团略呈浅黄色。在牛胆汁马铃薯培养基上为浅灰色黏膏状菌苔。在鸡蛋培养基上有突起的皱型和扩散型两类菌落，且带浅黄色。在苏通培养基上卡介菌应浮于表面，为

多皱、微带黄色的菌膜。

(2)鉴别试验

采用多重PCR法检测卡介菌基因组特异的缺失区RD1，应无RD1序列存在，供试品PCR扩增产物应为196bP核酸片段，并与检测参考品一致。

2.1.4.2 纯菌试验

按(附录Ⅻ A)的方法进行，生长物做涂片镜检，不得有杂菌。

2.1.4.3 毒力试验

用结核菌素纯蛋白衍生物皮肤试验(皮内注射0.2ml，含10IU)阴性、体重300～400g的同性豚鼠4只，各腹腔注射1ml菌液(5mg/ml)，每周称体重，观察5周动物体重不应减轻；同时解剖检查，大网膜上可出现脓疱，肠系膜淋巴结及脾可能肿大，肝及其他脏器应无肉眼可见的病变。

2.1.4.4 无有毒分枝杆菌试验

用结核菌素纯蛋白衍生物皮肤试验(皮内注射0.2ml，含10IU)阴性、体重300～400g的同性豚鼠6只，于股内侧皮下各注射1ml菌液(10mg/ml)，注射前称体重，注射后每周观察1次注射部位及局部淋巴结的变化，每2周称体重1次，豚鼠体重不应降低。6周时解剖3只，满3个月解剖另3只，检查各脏器应无肉眼可见的结核病变。若有可疑病灶时，应做涂片和组织切片检查，并采取部分病灶磨碎，加少量生理氯化钠溶液混匀，由皮下注射2只豚鼠，若证实系结核病变，该菌种即应废弃。当试验未满3个月时，豚鼠死亡则应解剖检查，若有可疑病灶，即按上述方法进行，若证明系结核病变，该菌种即应废弃。若证实属非特异性死亡，且豚鼠死亡1只以上时应复试。

2.1.5 种子批的保存

种子批应低温冷冻保存或冻干后保存于8℃以下。

2.2 精制卡介菌多糖核酸

2.2.1 生产用培养基

生产用培养基为苏通马铃薯培养基、胆汁马铃薯培养基或液体苏通培养基。

2.2.2 菌种传代与培养

启开工作种子批菌种，在苏通马铃薯培养基、胆汁马铃薯培养基以及液体苏通培养基上每传1次为1代。在马铃薯培养基上培养的菌种放冰箱保存，不得超过2个月。用于生产的培养物的代次不得超过12代。

2.2.3 菌体收集

培养物应逐瓶检查，若有污染、浑浊等情况应废弃。收集马铃薯培养基内培养物或液体苏通表面培养物，压干，加入适量注射用水，以高速粉碎机破碎菌体后备用。

培养物自收获之日起，其低温(－20℃以下)保存的时间不得超过2周，且每个提取批混合的菌体不得超过5个培养批。

2.2.4 提取

取破碎菌悬液与等量热酚混匀，静置或离心沉淀菌体，收集上清液，可采用凝胶层析过滤法、超滤法或其他适宜的方法除酚，所用方法应为经批准的方法。除酚后的上清液加入适量乙醇沉淀多糖核酸，收集沉淀物。分别以乙醇、乙醚混匀洗涤，离心或抽滤后干燥即得精制多糖核酸。

2.2.5 精制多糖核酸检定

按3.1项进行。

2.2.6 精制多糖核酸保存与有效期

应密封避光保存。自干燥之日起有效期为18个月。

2.3 半成品配制

用生理氯化钠溶液将精制多糖核酸稀释至多糖浓度为0.35mg/ml，核酸应不低于50μg/ml。

2.4 成品

2.4.1 分批

应符合“生物制品分批规程”规定。

2.4.2 分装与灭菌

应符合“生物制品分装和冻干规程”及附录Ⅰ A有关规定，封口后于121℃湿热灭菌20分钟。

2.4.3 规格

每安瓿1ml，含卡介菌多糖0.35mg、核酸不低于40μg。

2.4.4 包装

应符合“生物制品包装规程”及附录Ⅰ A有关规定。

3 检定

3.1 精制多糖核酸检定

3.1.1 干燥失重

依法检查(附录Ⅶ L)，失重应小于10%。

3.1.2 多糖含量测定

用生理氯化钠溶液将供试品稀释至0.05mg/ml，采用蒽酮法测定多糖，多糖含量应为70%～80%。

3.1.3 核酸含量测定

用生理氯化钠溶液将供试品稀释至0.05mg/ml，采用分光光度法(附录Ⅱ A)，于258nm波长下测定核酸，核酸含量应为10%～20%。

3.1.4 蛋白质含量测定

用生理氯化钠溶液将供试品稀释至0.05mg/ml，采用Lowry法测定(附录Ⅵ B第二法)，蛋白质含量应小于0.5%。

3.1.5 乙醇和乙醚残留量测定

采用毛细管柱顶空进样系统程序升温气相色谱法测定(附录Ⅵ V)，乙醚、乙醇残留量均应不高于0.5%。

采用固定液为二甲基聚硅氧烷毛细管柱(30m×0.53mm，涂膜厚0.88μm)；柱温50℃，维持2分钟，以适宜的升温速率升至200℃，维持1分钟；以氮气为载气；流速为每分钟3ml；进样口温度220℃；顶空瓶平衡温度80℃，平衡时间30分钟；采用火焰离子化检测器(FID)，温度为250℃。理论板数不低于5000，分离度不低于2.0；以内标法测定(采用0.2mg/ml丁酮溶液为内标溶液)，相对标准偏差(RSD)应不大于5%。

3.1.6 微生物限度检查

依法检查(附录Ⅻ G)，不得检出大肠杆菌和霉菌，杂菌检

出应不高于100个菌/g。

3.2 成品检定

3.2.1 物理检查

3.2.1.1 外观

应为无色澄明液体。

3.2.1.2 可见异物

依法检查(附录Ⅴ B),应符合规定。

3.2.1.3 装量

依法检查(附录Ⅰ A),应不低于标示量。

3.2.2 pH值

应为6.0～7.2(附录Ⅴ A)。

3.2.3 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.2.4 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),应符合规定。

3.2.5 多糖含量测定

采用蒽酮法测定多糖,其含量应为0.28～0.42mg/ml。

3.2.6 核酸含量测定

采用分光光度法(附录Ⅱ A)于258nm波长下测定核酸,核酸含量应为配制量(μg/ml)±20%,并在40～100μg/ml限度范围之内。

3.2.7 热原检查

依法检查(附录Ⅻ D),应符合规定。按家兔体重每1kg注射0.5ml,含多糖应不少于0.1mg。

3.2.8 效力测定

用体重20～22g BALB/c小鼠,试验组和对照组各10只。每只腹腔注射经预标化的稀释猪血清0.5ml进行致敏,隔日1次,共三次。末次致敏后次日,试验组每只腹腔注射样品1ml,对照组每只腹腔注射生理氯化钠溶液1ml,隔日1次,共7次,末次注射后次日,每只小鼠静脉注射致敏浓度10倍量猪血清,对照组与试验组发病动物数及发病指数应有显著差异。

卡介菌多糖核酸效力测定发病指数记分标准如下。

0.5分:过度兴奋或活动减弱;

1分:匍匐不起,走路摇摆;

2分:瘫痪;

3分:痉挛跳跃或蛙跳、侧卧、呼吸深、在31～60分钟或更长时间后死亡;

4分:30分钟以内死亡。

过敏值在1分以上者为发病。

3.2.9 鉴别试验

采用多重PCR法检测制品中核酸产物,应无RD1序列存在,供试品PCR扩增产物应为196bP核酸片段,并与参考品一致。

采用ET1(5′-AAGCGGTTGCCGCCGACCGACC-3′)、ET2(5′-CTGGCTATATTCCTGGGCCCGG-3′)、ET3(5′-GAGGCGATCTGGCGGTTTGGGG-3′)三条引物,分别以灭菌超纯水稀释至终浓度为10μM。DNA分子量标记物为50bp DNA ladder。

取冻干BCG DNA参考品1支,加入灭菌超纯水200μl复溶,静置2～3分钟待用(参考品溶液复溶后可重新分装于容器中置−20℃冻存,每次使用1支,避免反复冻融)。

取供试品5μl,加至45μl反应试剂中[10倍PCR缓冲液(pH 8.3 100mmol/L Tris-HCl,500mmol/L KCl,7.5mmol/L $MgCl_2$)5μl、dNTP Mixture 2μl、5U/μl TaKaRa Taq酶0.3μl、2μl引物ET1、4μl引物ET2、2μl引物ET3,灭菌超纯水29.7μl],共50μl反应体系。取BCG DNA参考品溶液5μl作为对照,同法操作。每个样品重复2管。

反应体系于94℃预变性10分钟,然后94℃变性1分钟、64℃退火1分钟、72℃延伸30秒,循环30次后,72℃再延伸7分钟。取PCR产物10μl加6倍lodding buffer[配方为①吸取2ml EDTA(500mmol/L pH 8.0)加入约40ml双蒸水;②再称量250mg溴酚蓝;③量取50ml丙三醇;④定容至100ml,4℃保存]2μl混匀后上样于3%的琼脂糖凝胶泳道,50bp DNA ladder直接上样6μl。于100mA电泳50分钟。采用凝胶成像仪,以50bp DNA ladder为分子量标记,观察供试品与参考品PCR扩增片段分子量大小。供试品扩增片段应为196bp的核酸片段,与参考品DNA扩增条带长度一致,判为合格。

3.2.10 乙醇和乙醚残留含量测定

采用毛细管柱顶空进样系统程序升温气相色谱法测定(附录Ⅵ V),乙醇残留含量小于0.005%,乙醚残留含量小于0.0005%。

采用固定液为二甲基聚硅氧烷毛细管柱(30m×0.53mm,涂膜厚0.88μm);柱温为50℃,维持2分钟,以适宜的升温速率升至200℃,维持1分钟;以氮气为载气;流速为每分钟3ml;进样口温度220℃;顶空瓶平衡温度80℃,平衡时间30分钟;采用火焰离子化检测器(FID),温度为250℃。理论板数不低于5000,分离度不低于2.0;以内标法测定(采用0.2mg/ml丁酮溶液为内标溶液),相对标准偏差(RSD)应不大于5%。

4 保存、运输及有效期

于25℃以下避光干燥处保存和运输。自生产之日起,有效期为24个月。

5 使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

铜绿假单胞菌注射液

Tonglüjiadanbaojun Zhusheye

Pseudomonas Aeruginosa Injection

本品系用铜绿假单胞菌(MSHA菌毛株)培养后,取菌苔制成悬液,加甲醛杀菌,以PBS稀释制成。

1 基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2 制造

2.1 菌种

生产用菌种应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"的有关规定。

2.1.1 名称及来源

生产用菌种为铜绿假单胞菌(MSHA 菌毛株),CGMCC 0190。

2.1.2 种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"的规定。

2.1.3 种子批的传代

主种子批启开后传代至工作种子批为 2 代;工作种子批菌种启开后至接种生产用培养基传代次数不得超过 4 代。

2.1.4 种子批的检定

主种子批和工作种子批的菌种应进行以下各项全面检定。

2.1.4.1 形态及培养特性

将待检菌种接种于 pH 7.2～7.4 的肉汤琼脂、马丁琼脂或其他适宜培养基,应为革兰氏阴性直或弯曲杆菌;有单根或数根端鞭毛。有动力、能溶血和产生绿脓素。

2.1.4.2 生化反应

氧化酶、液化明胶及水解乙酰胺酶试验呈阳性反应。

2.1.4.3 血清凝集试验

取 37℃培养 18～20 小时的琼脂培养物,用含 1%(ml/ml)甲醛的生理氯化钠溶液稀释至含菌 9.0×10^8个/ml,加入等量特异性铜绿假单胞菌免疫血清(效价 1∶2560～1∶5120)充分混合后,置 37℃ 18～20 小时,以肉眼可见凝集(+)之血清最高稀释度为凝集反应效价。凝集效价应不低于原血清效价之半。

2.1.4.4 毒力试验

取 37℃培养 18～20 小时的琼脂培养物,用无菌生理氯化钠溶液稀释成含菌 1.2×10^9个/ml、8.0×10^8个/ml、4.0×10^8个/ml、2.0×10^8个/ml 等浓度菌液,腹腔注射体重 14～16g 小鼠,每个浓度菌液至少注射 5 只小鼠,每只 0.3ml,观察 3～7 天,计算 LD_{50},应不低于 4.0×10^8。

2.1.4.5 毒性试验

取 37℃培养 18～20 小时的琼脂培养物混悬于生理氯化钠溶液内,于 56℃加温 2 小时(或其他方法)杀菌。取杀菌后菌悬液用生理氯化钠溶液稀释成每 1ml 含菌 6.0×10^9个、3.0×10^9个及 1.5×10^9个共 3 个浓度,取每个浓度菌悬液分别腹腔注射体重 15～18g 小鼠 15 只,每只 0.5ml,观察 3 天,应全部健存。

2.1.4.6 免疫力试验

取 37℃培养 18～20 小时的琼脂培养物,以终浓度为 1%(ml/ml)的甲醛溶液杀菌后,用无菌生理氯化钠溶液稀释至含菌 1.8×10^9个/ml,分别皮下注射体重 14～16g 小鼠至少 30 只,每只 0.5ml,间隔 5 天注射 1 次,共注射 3 次,末次免疫后 7～10 天,腹腔注射 3 个 LD_{50}的活菌进行攻击。同时取同批饲养的 14～16g 小鼠至少 10 只作对照,分别腹腔注射 3 个 LD_{50}活菌。攻击后观察 3 天,对照组小鼠死亡数应不低于 80%,免疫组小鼠保护率应不低于 70%。

2.1.4.7 抗原性试验

取 37℃培养 18～20 小时的琼脂培养物,以终浓度为 1%(ml/ml)的甲醛溶液杀菌后,用无菌生理氯化钠溶液稀释至含菌 1.8×10^9个/ml。

选体重约 2kg 的家兔至少 3 只,取上述菌液分别于第 1、3、5、8、11 天皮内注射,第 1 天注射时,首剂注射 0.1ml/只后观察 30 分钟,应无局部红肿和全身异常反应,随后于同一动物的其他部位再分别多点皮内注射 0.1ml/点,第 14、18 天耳静脉注射 1.0ml/只,每只家兔全程共注射 8 次。末次注射后 7～10 天,采血做定量凝集试验,测定效价。2/3 家兔血清凝集价应不低于 1∶2560。

2.1.5 种子批的保存

种子批应冻干保存于 2～8℃。

2.2 原液

2.2.1 生产用种子

将检定合格的工作种子批菌种启开后,接种于营养琼脂或其他适宜培养基,置 35～37℃培养不超过 18 小时,传代次数不超过 4 代,制备适宜数量的生产用种子,用于生产。

2.2.2 生产用培养基

用 pH 7.2～7.4 的营养琼脂或经批准的其他培养基。培养基中不应含有对人体有害或其他过敏原物质。

2.2.3 菌种接种和培养

采用克氏瓶涂种法,置 37℃培养 18～20 小时。在培养过程中及杀菌前取样进行纯菌试验,涂片做革兰氏染色镜检,发现污染杂菌应废弃。

2.2.4 采集和杀菌

培养结束后,于采集的培养物中加入适量含 1%(ml/ml)甲醛的 PBS 溶液杀菌,于 20～26℃放置 14～16 天,离心洗涤后,立即取样进行杀菌检查。

2.2.5 杀菌检查

取杀菌后经离心洗涤的菌液接种于不含琼脂的硫乙醇酸盐培养基、马丁培养基及普通琼脂斜面各 3 管。置 37℃培养 5 天,应无菌生长。

2.2.6 原液

来自同一工作种子批的培养物经杀菌后制备的菌液可进行合并,合并后的菌液经离心纯化后用 PBS 稀释至菌浓度为 1.0×10^{11}个/ml,即为原液,保存于 2～8℃。

原液自采集杀菌之日起至菌苗稀释时,不得少于 2 个月。原液自采集杀菌之日起保存期不超过 6 个月。

2.2.7 原液检定

按 3.1 项进行。

2.3 半成品

2.3.1　半成品配制

可用单批或多批检定合格的原液合并，加入终浓度为8.0g/L的苯甲醇，用PBS稀释至每1ml含菌1.8×10^9个。

2.3.2　半成品检定

按3.2项进行。

2.4　成品

2.4.1　分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.4.2　分装

应符合"生物制品分装和冻干规程"及附录ⅠA有关规定。

2.4.3　规格

每支1.0ml，含菌1.8×10^9个；每支0.5ml，含菌9.0×10^8个。

2.4.4　包装

应符合"生物制品包装规程"及附录ⅠA有关规定。

3　检定

3.1　原液检定

3.1.1　染色镜检

应为革兰氏阴性直的或弯曲杆菌，无杂菌。

3.1.2　浓度测定

应按"中国细菌浊度标准"进行测定，应不高于1.0×10^{11}个/ml。

3.1.3　无菌检查

依法检查（附录ⅫA），应符合规定。

3.2　半成品检定

3.2.1　浓度测定

按"中国细菌浊度标准"测定浓度，每1ml应含菌$1.6\times10^9\sim2.0\times10^9$个。

3.2.2　无菌检查

依法检查（附录ⅫA），应符合规定。

3.3　成品检定

3.3.1　鉴别试验

与相应高效价血清进行凝集试验，应呈强凝集反应。

3.3.2　物理检查

3.3.2.1　外观

应为乳白色悬液，不应含有摇不散的凝块及异物。

3.3.2.2　可见异物

依法检查（附录ⅤB），应符合规定。

3.3.2.3　装量

依法检查（附录ⅠA），应不低于标示量。

3.3.3　化学检定

3.3.3.1　pH值

应为6.0～7.2（附录ⅤA）。

3.3.3.2　游离甲醛含量

应小于0.06g/L（附录ⅥL）。

3.3.3.3　苯甲醇含量

精密量取本品2.0ml，置于250ml碘瓶中，精密加入重铬酸钾液（0.01667mol/L）10ml，加稀硫酸（1mol/L）10ml，沸水浴20分钟，迅速冷却至室温。加碘化钾液（16.5%）10ml，密塞，放置10分钟。用硫代硫酸钠（0.10mol/L）滴定至淡黄色，加入淀粉指示液（0.5%）1ml，继续滴定至溶液由黄色消失而显亮绿色，并将滴定结果用空白试验校正。

结果计算：苯甲醇含量（g/L）$=27.03\times(V_{空}-V_{样})\times C_{Na_2S_2O_3}$。

$V_{空}$为空白试验消耗硫代硫酸钠滴定液的体积，ml；

$V_{样}$为供试品消耗硫代硫酸钠滴定液的体积，ml；

$C_{Na_2S_2O_3}$为硫代硫酸钠浓度，mol/L。

苯甲醇含量应不高于8.5g/L。

3.3.4　染色镜检

应为革兰氏阴性直的或弯曲杆菌，至少观察10个视野，不应有杂菌。

3.3.5　浓度测定

按"中国细菌浊度标准"测定浓度，每1ml含菌应为$1.6\times10^9\sim2.0\times10^9$个。

3.3.6　生物学活性

按本品附录进行。将供试品稀释至1：100，即每1ml含菌1.8×10^7个时，刺激指数（SI）应不低于2.0。

3.3.7　无菌检查

依法检查（附录ⅫA），应符合规定。

3.3.8　异常毒性检查

依法检查（附录ⅫF），小鼠注射0.5ml，豚鼠注射1.5ml，应符合规定。

4　保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输，自生产之日起，有效期为30个月。

5　使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

6　附录

脾淋巴细胞增殖试验

脾淋巴细胞增殖试验

本法系依据铜绿假单胞菌-甘露糖敏感血凝菌毛株（*Pseudomonas aeruginosa Mannose-Sensitive Hemagglutination Pilus Strain*，PA-MSHA）具有刺激脾淋巴细胞增殖的作用，根据脾淋巴细胞的刺激指数（SI）测定PA-MSHA的生物学活性。

试剂

（1）RPMI 1640培养液：取RPMI 1640培养基粉末1袋（规格为1L），加水溶解并稀释至1000ml，再加入碳酸氢钠2.1g，溶解后，混匀，经0.22μm滤膜过滤除菌，4℃保存。

（2）含5%胎牛血清的培养液：量取经56℃、30分钟灭能的胎牛血清5ml，加RPMI 1640培养液95ml，4℃保存。

（3）红细胞裂解液（$Tris\text{-}NH_4Cl$）：称取3.735g氯化铵、三羟甲基氨基甲烷（Tris）1.3g，加水溶解并稀释至500ml。0.22μm滤膜过滤除菌，4℃保存。

(4)磷酸盐缓冲液(PBS):称取氯化钠8.5g、磷酸氢二钠0.118g、磷酸二氢钾0.113g,加水溶解并稀释至1000ml,经121℃、30分钟灭菌,4℃保存。

(5)噻唑蓝(MTT)溶液:称取MTT粉末0.10g,加PBS溶解并稀释至20ml,配制成每1ml含5mg的溶液,经0.22μm滤膜过滤除菌,4℃避光保存。

(6)裂解液:二甲基亚砜(DMSO),使用期限不得超过12个月。

脾淋巴细胞悬液制备

取BALB/c小鼠(体重18～22g,雌雄不限)脾脏,研磨过100目不锈钢筛网,并置于RPMI 1640培养液中,1000转/分钟离心5分钟,弃上清。轻微振荡使细胞沉淀分散,加入预冷的红细胞裂解液,置于冰上5分钟。待红细胞完全裂解后,1000转/分钟离心5分钟,弃上清。将细胞再用RPMI 1640培养液离心洗涤2～3遍,最后用含5%胎牛血清的培养液重悬,制备成每1ml含1.0×10^7个细胞的脾淋巴细胞悬液,置37℃备用。以上操作在无菌条件下进行。

供试品溶液的制备

取成品,4000转/分钟离心60分钟,弃上清,加入等体积RPMI 1640培养液混匀。再用RPMI 1640培养液进行10倍系列稀释至1:10000,取原倍、1:10、1:100、1:1000、1:10000 5个稀释度,作为供试品溶液。以上操作在无菌条件下进行。

测定法

取96孔细胞培养板,加入脾淋巴细胞悬液,每孔100μl。再分别加入各稀释度的供试品溶液,每孔100μl。同时设阴性对照,在含脾淋巴细胞悬液孔中,加入RPMI 1640培养液,每孔100μl。于培养板中直接加入RPMI 1640培养液作为空白对照。以上各组每个样品应至少做4个复孔。以上操作在无菌条件下进行。

将上述细胞培养板于37℃、5%二氧化碳条件下培养72小时,再在无菌条件下每孔加入MTT溶液25μl,于37℃、5%二氧化碳条件下继续培养4小时。2000转/分钟离心20分钟,弃上清,每孔加入裂解液100μl,振荡5～10分钟。

待甲瓒沉淀完全溶解后,用酶标仪于570nm波长处测定吸光度值,记录测定结果,并按下式进行计算:

刺激指数(SI)=(供试品平均吸光度值－空白对照平均吸光度值)/(阴性对照平均吸光度值－空白对照平均吸光度值)。

重组人表皮生长因子滴眼液(酵母)

Chongzu Ren Biaopi Shengzhangyinzi Diyangye(Jiaomu)

Recombinant Human Epidermal Growth Factor Eye Drops(Yeast)

本品系由高效表达人表皮生长因子基因的酵母,经发酵、分离和高度纯化后制成。含适宜稳定剂,不含防腐剂和抗生素。

1 基本要求

生产和检定用设施、原料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2 制造

2.1 工程菌菌种

2.1.1 名称及来源

重组人表皮生长因子工程菌株,系由带有人工合成的人表皮生长因子基因的DNA片段整合到酵母菌染色体基因组中构建而成。

2.1.2 种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"的规定。

2.1.3 菌种检定

主种子批和工作种子批的菌种应进行以下各项全面检定。

2.1.3.1 划种BMG1琼脂平板

应呈典型酵母菌菌落形态,无其他杂菌生长。

2.1.3.2 染色镜检

在光学显微镜下观察,应形状规则,用次甲蓝染色,无死亡细胞。

2.1.3.3 筛选标志检查

应符合该基因表型特征。

2.1.3.4 人表皮生长因子表达量

在摇床中培养,应不低于原始菌种的表达量。

2.1.3.5 人表皮生长因子基因稳定性检查

涂BMG1琼脂平板,挑选至少50个克隆,用PCR检测人表皮生长因子基因,阳性率应不低于95%。

2.2 原液

2.2.1 种子液制备

将检定合格的工作种子批菌种接种于适宜的培养基中培养,供发酵罐接种用。

2.2.2 发酵用培养基

采用适宜的不含任何抗生素的培养基。

2.2.3 种子液接种及发酵培养

在灭菌培养基中接种适量种子液。在适宜温度下进行发酵,应采用经批准的发酵工艺,并确定相应的发酵条件,如温度、pH值、溶氧、补料、发酵时间等。

2.2.4 发酵液处理

用适宜的方法收集上清液。

2.2.5 纯化

采用经批准的纯化工艺进行纯化,使其达到3.1项要求,即为人表皮生长因子原液。除菌过滤后保存于适宜温度,并规定其有效期。

2.2.6 原液检定

按3.1项进行。

2.3 半成品

2.3.1 配制与除菌

2.3.1.1 稀释液配制

按经批准的配方配制稀释液,配制后应立即用于稀释。

2.3.1.2 稀释与除菌

将检定合格的人表皮生长因子原液用2.3.1.1项稀释液稀释至所需浓度。除菌过滤后即为半成品,应立即分装或保存于2~8℃。

2.3.2 半成品检定

按3.2项进行。

2.4 成品

2.4.1 分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.4.2 分装

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。

2.4.3 规格

应为经批准的规格。眼内注射溶液、眼内插入剂及供手术、伤口、角膜穿通伤用的眼用制剂,应不含抑菌剂或抗氧剂或不适当的缓冲剂,且应包装于无菌容器内供一次性使用。

2.4.4 包装

应符合"生物制品包装规程"和附录Ⅰ C的有关规定。

3 检定

3.1 原液检定

3.1.1 生物学活性

依法测定(附录Ⅹ H)。

3.1.2 蛋白质含量

依法测定(附录Ⅵ B第二法)。

3.1.3 比活性

为生物学活性与蛋白质含量之比,每1mg蛋白质应不低于5.0×10^5IU。

3.1.4 纯度

3.1.4.1 电泳法

依法测定(附录Ⅳ C)。用非还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法,分离胶胶浓度为15%,加样量应不低于10μg(考马斯亮蓝R250染色法)或5μg(银染法)。经扫描仪扫描,纯度应不低于95.0%。

3.1.4.2 高效液相色谱法

依法测定(附录Ⅲ B)。色谱柱采用丁基硅胶烷键合硅胶为填充剂;以A相(三氟乙酸-水溶液:取0.5ml三氟乙酸加水至1000ml,充分混匀)、B相(三氟乙酸-乙腈溶液:取0.5ml三氟乙酸加入色谱纯乙腈至1000ml,充分混匀)为流动相,在室温条件下,进行梯度洗脱(22%~37%B相);上样量应不低于5μg,于波长280nm处检测。以人表皮生长因子色谱峰计算理论板数,应不低于500;按面积归一化法计算,人表皮生长因子主峰面积应不低于总面积的95.0%。

3.1.5 分子量

依法测定(附录Ⅳ C)。用还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法,分离胶胶浓度为15.0%,加样量应不低于1.0μg,分子质量应为5.9kD±0.59kD。

3.1.6 外源性DNA残留量

每100μg蛋白质应不高于10ng(附录Ⅸ B)。

3.1.7 宿主菌蛋白质残留量

应不高于总蛋白质的0.1%(附录Ⅸ E)。

3.1.8 甲醇含量

甲醇含量应不高于0.002%(附录Ⅲ C)。

3.1.9 等电点

主区带应为4.0~5.0(附录Ⅳ D)。

3.1.10 紫外光谱扫描

最大吸收峰波长应为277nm±3nm(附录Ⅱ A)。

3.1.11 肽图(至少每半年测定一次)

依法测定(附录Ⅷ E),应与对照品图形一致。

3.1.12 *N*-末端氨基酸序列(至少每年测定一次)

用氨基酸序列分析仪测定,其*N*-末端序列应为:

Asn-Ser-Asp-Ser-Glu-Cys-Pro-Leu-Ser-His-Asp-Gly-Tyr-Cys-Leu。

3.1.13 鉴别试验

按免疫印迹法(附录Ⅷ A)或免疫斑点法(附录Ⅷ B)测定,应为阳性。

3.2 半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.3 成品检定

3.3.1 鉴别试验

按免疫印迹法(附录Ⅷ A)或免疫斑点法(附录Ⅷ B)测定,应为阳性。

3.3.2 物理检查

3.3.2.1 外观

应为无色澄清液体。

3.3.2.2 可见异物

依法检查(附录Ⅴ B),应符合规定。

3.3.2.3 装量

依法检查(附录Ⅴ F),应符合规定。

3.3.3 化学检定

3.3.3.1 pH值

应为6.9~7.3(附录Ⅴ A)。

3.3.3.2 渗透压摩尔浓度

依法测定(附录Ⅴ H),应符合批准的要求。

3.3.4 生物学活性

应为标示量的70%~200%(附录Ⅹ H)。

3.3.5 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

4 保存、运输及有效期

于4~25℃避光处保存和运输。自分装之日起,按批准的有效期执行。

5 说明书

应符合"生物制品包装规程"规定。

重组牛碱性成纤维细胞生长因子滴眼液

Chongzu Niu Jianxing Chengxianweixibao Shengzhangyinzi Diyanye

Recombinant Bovine Basic Fibroblast Growth Factor Eye Drops

本品系由含有高效表达牛碱性成纤维细胞生长因子基因的大肠杆菌，经发酵、分离和高度纯化后制成。含适宜稳定剂和防腐剂，不含抗生素。

1 基本要求

生产和检定用设施、原料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2 制造

2.1 工程菌菌种

2.1.1 名称及来源

重组牛碱性成纤维细胞生长因子工程菌株系由带有牛碱性成纤维细胞生长因子基因的重组质粒转化的大肠杆菌菌株。

2.1.2 种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"的规定。

2.1.3 菌种检定

主种子批和工作种子批的菌种应进行以下各项全面检定。

2.1.3.1 划种LB琼脂平板

应呈典型大肠杆菌集落形态，无其他杂菌生长。

2.1.3.2 染色镜检

应为典型的革兰阴性杆菌。

2.1.3.3 对抗生素的抗性

应与原始菌种相符。

2.1.3.4 电镜检查(工作种子批可免做)

应为典型大肠杆菌形态，无支原体、病毒样颗粒及其他微生物污染。

2.1.3.5 生化反应

应符合大肠杆菌生物学性状。

2.1.3.6 牛碱性成纤维细胞生长因子表达量

在摇床中培养，应不低于原始菌种的表达量。

2.1.3.7 质粒检查

该质粒的酶切图谱应与原始重组质粒相符。

2.1.3.8 核苷酸序列检测

牛碱性成纤维细胞生长因子基因核苷酸序列应与理论值相符。

2.2 原液

2.2.1 种子液制备

将检定合格的工作种子批菌种接种于适宜的培养基(可含适量抗生素)中培养，供发酵罐接种用。

2.2.2 发酵用培养基

采用适宜的不含任何抗生素的培养基。

2.2.3 种子液接种及发酵培养

2.2.3.1 在灭菌培养基中接种适量种子液。

2.2.3.2 在适宜的温度下进行发酵，应根据经批准的发酵工艺进行，并确定相应的发酵条件，如温度、pH值、溶氧、补料、发酵时间等。发酵液应定期进行质粒丢失率检查(附录Ⅸ G)。

2.2.4 发酵液处理

用适宜的方法收集处理菌体。

2.2.5 纯化

采用经批准的纯化工艺进行初步纯化和高度纯化，使其达到3.1项要求，即为牛碱性成纤维细胞生长因子原液。加入稳定剂，除菌过滤后保存于适宜温度，并规定其有效期。

2.2.6 原液检定

按3.1项进行。

2.3 半成品

2.3.1 配制与除菌

2.3.1.1 稀释液配制

按经批准的配方配制稀释液。配制后应立即用于稀释。

2.3.1.2 稀释与除菌

将检定合格加稳定剂的牛碱性成纤维细胞生长因子原液用2.3.1.1项稀释液稀释至所需浓度。除菌过滤后即为半成品，保存于2～8℃。

2.3.2 半成品检定

按3.2项进行。

2.4 成品

2.4.1 分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.4.2 分装

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。

2.4.3 规格

应为经批准的规格。同品种用于眼内注射、眼内插入、外科手术和急救时，均不得添加防腐剂或抗氧剂或不适当的缓冲剂，且应包装于无菌容器内供一次性使用。

2.4.4 包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3 检定

3.1 原液检定

3.1.1 生物学活性

依法测定(附录Ⅹ G)。

3.1.2 蛋白质含量

依法测定(附录Ⅵ B第二法)。

3.1.3 比活性

为生物学活性与蛋白质含量之比，每1mg蛋白质应不低

于 1.7×10^{5}IU。

3.1.4 纯度

3.1.4.1 电泳法

依法测定(附录Ⅳ C)。用非还原型 SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法,分离胶胶浓度为 15%,加样量应不低于 10μg(考马斯亮蓝 R250 染色法)或 5μg(银染法)。经扫描仪扫描,纯度应不低于 95.0%。

3.1.4.2 高效液相色谱法

依法测定(附录Ⅲ B)。色谱柱采用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 A 相(三氟乙酸-水溶液:取 1.0ml 三氟乙酸加水至 1000ml,充分混匀)、B 相(三氟乙酸-乙腈溶液:取 1.0ml 三氟乙酸加入色谱纯乙腈至 1000ml,充分混匀)为流动相,在室温条件下,进行梯度洗脱(0~70%B 相)。上样量应不低于 10μg,于波长 280nm 处检测,以牛碱性成纤维细胞生长因子色谱峰计算理论板数应不低于 2000。按面积归一化法计算,牛碱性成纤维细胞生长因子主峰面积应不低于总面积的 95.0%。

3.1.5 分子量

依法测定(附录Ⅳ C)。用还原型 SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法,分离胶胶浓度为 15.0%,加样量应不低于 1.0μg,制品两条蛋白带的分子质量应分别为 17.5kD±1.75kD 和 22.0kD±2.20kD。

3.1.6 外源性 DNA 残留量

每 1 次人用剂量应不高于 10ng(附录Ⅸ B)。

3.1.7 等电点

主区带应为 9.0~10.0(附录Ⅳ D)。

3.1.8 紫外光谱扫描

最大吸收峰波长应为 277nm±3nm(附录Ⅱ A)。

3.1.9 肽图(至少每半年测定 1 次)

依法测定(附录Ⅷ E),应与对照品图形一致。

3.2 半成品检定

3.2.1 生物学活性

依法测定(附录Ⅹ G),应符合规定。

3.2.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.3 成品检定

3.3.1 鉴别试验

按免疫印迹法(附录Ⅷ A)或免疫斑点法(附录Ⅷ B)测定,应为阳性。

3.3.2 物理检查

3.3.2.1 外观

应为无色澄明液体。

3.3.2.2 可见异物

依法检查(附录Ⅴ B),应符合规定。

3.3.2.3 装量

依法检查(附录Ⅴ F),应符合规定。

3.3.3 pH 值

应为 6.5~7.5(附录Ⅴ A)。

3.3.4 生物学活性

应为标示量的 70%~200%(附录Ⅹ G)。

3.3.5 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

4 保存、运输及有效期

于 2~8℃避光保存和运输。自分装之日起,按批准的有效期执行。

5 使用说明

应符合“生物制品包装规程”规定和批准的内容。

修 订 品 种

乙型脑炎减毒活疫苗

Yixing Naoyan Jiandu Huoyimiao

Japanese Encephalitis Vaccine, Live

本品系用乙型脑炎(简称乙脑)病毒减毒株接种于原代地鼠肾细胞,经培养、收获病毒液,加入适宜稳定剂冻干制成。用于预防乙型脑炎。

1 基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2 制造

2.1 生产用细胞

生产用细胞为原代地鼠肾细胞或连续传代不超过5代的地鼠肾细胞。

2.1.1 细胞管理及检定

应符合"生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程"规定。

2.1.2 细胞制备

选用10~14日龄地鼠,无菌取肾,剪碎,经胰蛋白酶消化,用培养液分散细胞,制备细胞悬液,分装培养瓶,置37℃±1℃培养。细胞生长成致密单层后接种病毒。来源于同一批地鼠、同一容器内消化制备的地鼠肾细胞为一个细胞消化批;源自同一批地鼠、于同一天制备的多个细胞消化批为一个细胞批。

2.2 毒种

2.2.1 名称及来源

生产用毒种为乙脑病毒SA14-14-2减毒株或其他经批准的减毒株。

2.2.2 种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"规定。

原始种子批传代应不超过第6代,主种子批应不超过第8代,工作种子批应不超过第9代,生产的疫苗应不超过第10代。

2.2.3 种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定,工作种子批应至少进行2.2.3.1~2.2.3.4项检定。

2.2.3.1 鉴别试验

将毒种做10倍系列稀释,取适宜稀释度分别与非同源性乙脑特异性免疫血清和乙脑阴性血清混合,置37℃水浴90分钟,接种地鼠肾单层细胞或BHK_{21}细胞进行中和试验,观察5~7天判定结果。中和指数应大于1000。

2.2.3.2 病毒滴定

将毒种做10倍系列稀释,至少取3个稀释度的病毒液,分别接种BHK_{21}细胞,用蚀斑法进行滴定。冻干种子批病毒滴度应不低于5.7 lg PFU/ml;液体种子批病毒滴度应不低于7.2 lg PFU/ml。

2.2.3.3 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

2.2.3.4 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

2.2.3.5 病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.2.3.6 E蛋白基因稳定性试验

以E蛋白基因区核苷酸序列测定验证其遗传稳定性。编码E蛋白基因区的8个关键位点氨基酸不能发生改变(E-107:苯丙氨酸,E-138:赖氨酸,E-176:缬氨酸,E-177:丙氨酸,E-264:组氨酸,E-279:甲硫氨酸,E-315:缬氨酸,E-439:精氨酸)。

与基因库中登录号为D90195的乙型脑炎减毒株SA14-14-2株的E蛋白基因区核苷酸序列的同源性应不低于99.6%。

2.2.3.7 免疫原性检查

用主种子批毒种制备原疫苗,取10^{-3}、10^{-4}、10^{-5}至少3个稀释度,分别免疫体重为10~12g小鼠10只,每只皮下注射0.1ml,免疫1次。免疫后14天用P_3株乙脑强毒腹腔攻击,每只注射0.3ml,其病毒量应不低于500腹腔滴定的LD_{50}。同时每只小鼠脑内接种稀释液0.03ml,接种后3天内死亡者不计(动物死亡数量应不得超过试验动物总数的20%),攻击后14天判定结果。ED_{50}应不高于3.0 lg PFU,攻击对照组小鼠死亡率应不低于80%。

2.2.3.8 猴体神经毒力试验

用冻干主种子批进行猴体神经毒力试验(病毒滴度不低于5.7 lg PFU/ml),分别注射10只恒河猴的两侧丘脑各0.5ml、腰部脊髓内0.2ml。对照组用强毒SA_{14}株稀释成10^2 PFU/ml和10^3 PFU/ml病毒量,以同法接种恒河猴,每个稀释度注射4只恒河猴。试验用恒河猴乙脑抗体应为阴性。

对SA14-14-2减毒组的10只恒河猴观察至少21天,应无任何特异性乙脑发病症状,组织学检查仅表现为注射部位、脑和脊髓有轻微的炎症反应。而对照组SA_{14}株在注射后8天内病毒量10^3 PFU/ml组4只恒河猴应全部死亡;病毒量为10^2 PFU/ml组的4只恒河猴,至少应有2只死亡。组织学检查表现主要特征为神经细胞坏死,较少炎症反应。

2.2.3.9 脑内致病力试验

用种子批毒种接种体重为12~14g小鼠,至少10只,每只脑内注射0.03ml,观察14天应存活。接种后3天内死亡者不计(动物死亡数量应不得超过试验动物总数的20%)。3

天后如有小鼠发病，应处死后取脑，测定致病力。小鼠脑内毒力应不高于 3.0 lg LD_{50}/0.03ml，同时以 10^{-1} 病鼠脑悬液皮下注射体重为 10～12g 小鼠 10 只，每只 0.1ml，观察 14 天，应全部健存。

2.2.3.10 皮下感染入脑试验

用种子批毒种接种体重为 10～12g 小鼠 10 只，每只皮下注射 0.1ml，同时右侧脑内空刺，观察 14 天，应全部健存。

2.2.3.11 乳鼠传代返祖试验

用病毒滴度不低于 7.2 lg PFU/ml（液体毒种）或不低于 5.7 lg PFU/ml（冻干毒种）的种子批毒种接种 3～5 日龄乳鼠 10 只，每只脑内注射 0.02ml。将发病的乳鼠处死 3 只，解剖取脑，用体重为 12～14g 小鼠测其致病力，脑内毒力应不高于 3.0 lg LD_{50}/0.03ml，同时以 10^{-1} 的发病乳鼠脑悬液皮下注射体重为 10～12g 小鼠 10 只，每只 0.1ml，观察 14 天，应全部健存。

2.2.4 毒种保存

毒种应于－60℃以下保存。

2.3 原液

2.3.1 细胞制备

按 2.1.2 项进行。

2.3.2 培养液

培养液为含适量灭能新生牛血清和乳蛋白水解物的 Earle's 液或其他适宜培养液。用于细胞培养的新生牛血清应为乙脑抗体阴性。新生牛血清的质量应符合要求（附录Ⅻ D）。

2.3.3 对照细胞病毒外源因子检查

依法检查（附录Ⅻ C），应符合规定。

2.3.4 病毒接种和培养

挑选生长致密的单层细胞，用洗涤液充分冲洗后加入适量维持液，按 0.001MOI 接种病毒，置 36℃±1℃培养。

2.3.5 病毒收获

种毒后 72 小时左右细胞出现病变时收获病毒液。根据细胞生长情况，可换以维持液继续培养，进行多次病毒收获。同一细胞批的同一次病毒收获液经检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6 单次病毒收获液检定

按 3.1 项进行。

2.3.7 单次病毒收获液保存

于 2～8℃保存不超过 30 天。

2.3.8 单次病毒收获液合并

同一细胞批的多个单次病毒收获液检定合格后，经澄清过滤，合并为 1 批原液。

2.3.9 原液检定

按 3.2 项进行。

2.4 半成品

2.4.1 配制

将原液按规定的同一病毒滴度适当稀释，加入适宜稳定剂即为半成品，每批半成品总量不得超过 150L。

2.4.2 半成品检定

按 3.3 项进行。

2.5 成品

2.5.1 分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2 分装及冻干

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。分装过程中半成品疫苗应置于 2～8℃。

2.5.3 规格

按标示量复溶后每瓶 0.5ml、1.5ml、2.5ml。每 1 次人用剂量为 0.5ml，含乙脑活病毒应不低于 5.4 lg PFU。

2.5.4 包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3 检定

3.1 单次病毒收获液检定

3.1.1 病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行，病毒滴度应不低于 7.0 lg PFU/ml。

3.1.2 无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

3.1.3 支原体检查

依法检查（附录Ⅻ B），应符合规定。

3.2 原液检定

3.2.1 病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行，病毒滴度应不低于 7.0 lg PFU/ml。

3.2.2 无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

3.2.3 支原体检查

依法检查（附录Ⅻ B），应符合规定。

3.2.4 逆转录酶活性检查

按本品种附录进行，应为阴性。

3.3 半成品检定

3.3.1 病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行，病毒滴度应不低于 6.8 lg PFU/ml。

3.3.2 无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

3.4 成品检定

除水分测定外，按标示量加入所附疫苗稀释剂，复溶后进行以下各项检定。

3.4.1 鉴别试验

按 2.2.3.1 项进行。

3.4.2 外观

应为淡黄色疏松体，复溶后为橘红色或淡粉红色澄明液体，无异物。

3.4.3 水分

应不高于 3.0%（附录Ⅶ D）。

3.4.4 病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行，病毒滴度应不低于 5.7 lg PFU/ml。

3.4.5 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验，应与病毒滴定同时进行。于 37℃放置 7 天，按 2.2.3.2 项进行，病毒滴度应不低于 5.7 lg PFU/ml，病毒滴度下降应不高于1.0 lg。

3.4.6 牛血清白蛋白残留量

应不高于 50ng/剂(附录Ⅷ D)。

3.4.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法，应不高于 50ng/剂。

3.4.8 安全试验

3.4.8.1 脑内致病力试验

按 2.2.3.9 项进行。

3.4.8.2 乳鼠传代返祖试验

按 2.2.3.11 项进行。

3.4.9 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.4.10 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F)，应符合规定。

■3.4.11 细菌内毒素检查

应不高于 50EU/剂(附录Ⅻ E 凝胶限度试验)。■[增订]

4 保存、运输及有效期

于 2～8℃避光保存和运输。自生产之日起，有效期为 18 个月。

5 疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水或灭菌 PBS，应符合“凡例”的有关要求。

5.1 灭菌 PBS 的检定

5.1.1 pH 值

应为 7.2～8.0(附录Ⅴ A)。

5.1.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

5.1.3 细菌内毒素检查

应不高于 0.25EU/ml(附录Ⅻ E 凝胶限度试验)。

5.2 装量

5.3 包装

5.4 执行标准

5.5 生产企业

5.6 有效期

6 附录

逆转录酶活性测定法

7 使用说明

应符合“生物制品包装规程”规定和批准的内容。

附录 逆转录酶活性检查法

本法系采用 PERT 法通过以噬菌体 MS2 RNA 为模板，在外源逆转录酶作用时产生 cDNA，再经 PCR 法扩增后，以电泳法分析扩增产物，检查供试品中逆转录酶活性。

试剂

1. 噬菌体 MS2 RNA 寡核苷酸引物

RT-1：5′-d(CATAGGTCAAACCTCGTAGGAATG)-3′

RT-2：5′-d(TCCTGCTCAACTTCCTGTCGAG)-3′

2. 模板　噬菌体 MS2 RNA

3. 逆转录体系

(1)模板引物基本反应体系

0.28pmol/μl 的噬菌体 MS2 RNA	0.5μl
10pmol/μl 引物 RT-1	0.5μl
焦碳酸二乙酯(DEPC)处理的水	0.4μl

(2)逆转录反应体系

逆转录缓冲液	5μl
供试品(或不同灵敏度标准逆转录酶或阳性对照、阴性对照)	2μl
2.5mmol/ml 脱氧核糖核苷酸(dNTPs)	0.5μl
25mmol/ml 氯化镁	0.5μl
二硫苏糖醇(DTT)	0.5μl

DEPC 处理的水 15.1μl 至总量为 23.6μl

4. PCR 扩增体系

PCR 缓冲液	10μl
2.5mmol/ml dNTPs	2μl
10pmol/μl 引物 RT-1	2μl
10pmol/μl 引物 RT-2	3μl
RNA 酶 H	1μl

DEPC 处理的水至 75μl

加入 Taq DNA 聚合酶 0.2μl。

5. 甲基氨基甲烷-硼酸(TBE)电泳缓冲液

甲基氨基甲烷	54g
硼酸	27.5g

加入 0.5mol/L 四甲基乙二胺(pH8.0) 20ml

定容至 1000ml，使用时 1∶5 倍稀释。

供试品、灵敏度标准及阳性对照品的制备

1. 按标示量复溶供试品。

2. 取 1U 逆转录酶用 DEPC 处理的水做 10 倍系列稀释，取 10^{-6}、10^{-7} 和 10^{-8} 稀释度各 2μl 作为灵敏度标准。

3. 阳性对照：用 SP2/0 细胞培养上清液作为阳性对照。

4. 阴性对照：用 2μl DEPC 处理的水代替。

检查法

1. 逆转录

1.1 将模板引物基本反应体系 1.4μl 依次置于 95℃反应 5 分钟，37℃ 反应 30 分钟，4℃反应 5 分钟后，加入逆转录反应体系 23.6μl(总体积为 25μl)，置 37℃ 作用 30 分钟。

1.2 分别将供试品、阳性对照、阴性对照及稀释度为 10^{-6}～10^{-8} 灵敏度标准的逆转录酶 2μl 加入上述逆转录反应体系，分别置 37℃作用 30 分钟。

2. PCR扩增

取PCR扩增体系75μl，加入上述经各逆转录后的样品，混匀后，按下列条件进行扩增：94℃ 30秒，55℃ 100秒，72℃ 110秒，共35个循环周期，72℃延伸10分钟。产物作琼脂糖凝胶电泳分析，如不能立即进行琼脂糖凝胶电泳分析，PCR扩增产物应于2～8℃保存。

3. PCR扩增产物的电泳

将适量的PCR扩增产物加到2%琼脂糖凝胶板上进行电泳分析（附录Ⅳ B），同时加DNA分子量标准，电泳后紫外灯下观察DNA条带结果。

结果判定

阳性对照于112bp处呈现条带，阴性对照不出现任何条带，供试品于112bp处呈现条带判为阳性。

【附注】

逆转录酶灵敏度标准应大于等于10^{-7}。

乙型脑炎减毒活疫苗使用说明

【药品名称】

通用名称：乙型脑炎减毒活疫苗

英文名称：Japanese Encephalitis Vaccine, Live

汉语拼音：Yixing Naoyan Jiandu Huoyimiao

【成分和性状】 本品系用流行性乙型脑炎病毒减毒株接种原代地鼠肾细胞，经培养、收获病毒液，加入适宜稳定剂冻干制成。为淡黄色疏松体，复溶后为橘红色或淡粉红色澄明液体。

有效成分：乙型脑炎减毒活病毒。

辅料：应列出全部批准的辅料成分。

疫苗稀释剂：灭菌注射用水或灭菌PBS。

【接种对象】 8月龄以上健康儿童及由非疫区进入疫区的儿童和成人。

【作用与用途】 接种本疫苗后，可刺激机体产生抗乙型脑炎病毒的免疫力。用于预防流行性乙型脑炎。

【规格】 复溶后每瓶0.5ml、1.5ml、2.5ml。每1次人用剂量为0.5ml，含乙型脑炎活病毒应不低于5.4 lg PFU。

【免疫程序和剂量】 (1)按标示量加入所附疫苗稀释剂，待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌下缘附着处皮下注射。

(3)8月龄儿童首次注射1次；于2岁再注射1次，每次注射0.5ml，以后不再免疫。

【不良反应】

常见不良反应：

(1)一般接种疫苗后24小时内，注射部位可出现疼痛和触痛，多数情况下于2～3天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后1～2周内，可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应，一般持续1～2天后可自行缓解，不需处理，必要时适当休息，多喝开水，注意保暖，防止继发感染；对于中度发热反应或发热时间超过48小时者，可给予物理方法或药物对症处理。

(3)接种疫苗后，偶有散在皮疹出现，一般不需特殊处理，必要时可对症治疗。

罕见不良反应：

重度发热反应：应采用物理方法及药物对症处理，以防高热惊厥。

极罕见不良反应：

(1)过敏性皮疹：一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹，出现反应时，应及时就诊，给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克：一般接种疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)过敏性紫癜：出现过敏性紫癜反应时应及时就诊，应用皮质固醇类药物给予抗过敏规范治疗，治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)出现血管神经性水肿，应及时就诊。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含的任何成分，包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用：家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时，切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用，如需放置，应置2～8℃于30分钟内用完，剩余均应废弃。

(5)应备有肾上腺素等药物，以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔3个月以上接种本品，以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔1个月。

(8)本品为减毒活疫苗，不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后，应至少3个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称：

生产地址：
邮政编码：
电话号码：
传真号码：
网　　址：

冻干甲型肝炎减毒活疫苗

Donggan Jiaxing Ganyan Jiandu Huoyimiao

Hepatitis A(Live)Vaccine,Freeze-dried

本品系用甲型肝炎（简称甲肝）病毒减毒株接种人二倍体细胞，经培养、收获、提取病毒后，加人适宜稳定剂冻干制成。用于预防甲型肝炎。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合“凡例”的有关要求。

2　制造

2.1　生产用细胞

生产用细胞为人二倍体细胞（2BS 株、KMB_{17} 株或其他批准的细胞株）。

2.1.1　细胞管理及检定

应符合“生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程”规定。取自同批工作细胞库的 1 支或多支细胞，经复苏扩增后的细胞仅用于一批疫苗的生产。

2BS 株原始细胞库细胞代次应不超过第 14 代，主细胞库细胞代次应不超过第 31 代，工作细胞库细胞代次应不超过第 44 代；KMB_{17} 株原始细胞库细胞代次应不超过第 6 代，主细胞库细胞代次应不超过第 15 代，工作细胞库细胞代次应不超过第 45 代。

2.1.2　细胞制备

取工作细胞库中的 1 支或多支细胞，经复苏、胰蛋白酶消化、37℃±0.5℃静置或旋转培养制备的一定数量并用于接种病毒的细胞为一个细胞批。

2.2　毒种

2.2.1　名称及来源

生产用毒种为甲肝病毒 H_2 减毒株或 L-A-1 减毒株。

2.2.2　种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”规定。

H_2 减毒株原始种子批传代应不超过第 7 代，主种子批应不超过第 8 代，工作种子批应不超过第 14 代，生产的疫苗病毒代次应不超过第 15 代；L-A-1 减毒株原始种子批传代应不超过第 17 代，主种子批应不超过第■25 代■[修订]，工作种子批应不超过第 26 代，生产的疫苗病毒代次应不超过第 27 代。

2.2.3　种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定，工作种子批应至少进行 2.2.3.1～2.2.3.4 项检定。

2.2.3.1　鉴别试验

用甲肝病毒特异性免疫血清及甲肝病毒抗体阴性血清分别与500～1000$CCID_{50}$/ml 甲肝病毒等量混合，置 37℃水浴 60 分钟，接种人二倍体细胞，置 35℃培养至病毒增殖高峰期，提取甲肝病毒后用酶联免疫法测定，经中和的病毒液检测结果应为阴性，证明甲肝病毒被完全中和；未经中和的病毒液检测结果应为阳性，证明为甲肝病毒。

2.2.3.2　病毒滴定

将毒种做 10 倍系列稀释，取至少 3 个稀释度，分别接种人二倍体细胞，置 35℃培养至病毒增殖高峰期，收获后提取甲肝病毒，用酶联免疫法测定，病毒滴度应不低于6.50 lg $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.3　无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

2.2.3.4　支原体检查

依法检查（附录Ⅻ B），应符合规定。

2.2.3.5　病毒外源因子检查

依法检查（附录Ⅻ C），应符合规定。供试品可不经甲肝病毒特异性免疫血清中和，直接接种小鼠观察。

2.2.3.6　免疫原性检查

用主种子批毒种制备原疫苗，按常规接种甲肝易感者至少 40 名，分别于免疫前及免疫后 6～8 周采血，血清抗体阳转率应不低于 90%。

2.2.3.7　猴体安全及免疫原性试验

用主种子批毒种制备原疫苗进行猴体试验。取甲肝病毒抗体阴性、丙氨酸氨基转移酶指标正常、体重为 1.5～4.5 kg 的健康恒河猴或红面猴 5 只，于下肢静脉注射疫苗 1.0ml，滴度应不低于 6.50 lg $CCID_{50}$/ml。试验猴于第 0 周、第 4 周、第 8 周肝穿刺做组织病理检查。于第 0 周、第 2 周、第 3 周、第 4 周、第 6 周、第 8 周采血测定丙氨酸氨基转移酶及甲肝病毒抗体。应设 2 只猴为阴性对照。

试验组符合下列情况者判定合格：

(1)至少 4 只猴抗体阳转；

(2)血清丙氨酸氨基转移酶有一过性（1 周次）升高者不超过 2 只猴；

(3)肝组织无与接种供试品有关的病理改变。

有下列情况之一者可重试：

(1)接种猴抗体阳转率低于 4/5；

(2)抗体阳转前后 2 周内血清丙氨酸氨基转移酶异常升高超过 2 次；

(3)试验猴不能排除其他原因所致的肝组织病理改变。

重试后仍出现上述情况之一者，判为不合格。

2.2.4　毒种保存

毒种应于－60℃以下保存。

2.3　原液

2.3.1 细胞制备

按2.1.2项进行。

2.3.2 培养液

培养液为含适量灭能新生牛血清的MEM或其他适宜培养液。新生牛血清的质量应符合规定(附录Ⅻ D),且甲肝抗体检测应为阴性。

2.3.3 对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.3.4 病毒接种和培养

将毒种按0.05～1.0MOI接种细胞(同一工作种子批毒种应按同一MOI接种),于35℃±0.5℃培养,培养期间,根据细胞生长情况,可用不少于原倍培养液量的洗液洗涤去除牛血清,并换加维持液或其他适宜的液体继续培养。

2.3.5 病毒收获物

于病毒增殖高峰期,采用适宜浓度的胰蛋白酶或其他适宜方法消化含甲肝病毒的细胞,并经离心或其他适宜的方法收集含甲肝病毒的细胞为病毒收获物。

2.3.6 病毒收获物检定

按3.1项进行。

2.3.7 病毒收获物保存

于－20℃以下保存,保存时间按批准的执行。

2.3.8 病毒提取

检定合格的病毒收获物经冻融和(或)超声波处理后,用适宜浓度的三氯甲烷抽提以提取病毒。

2.3.9 合并

同一细胞批生产的病毒收获物经提取病毒后合并为一批原液。

2.3.10 原液检定

按3.2项进行。

2.3.11 原液保存

于2～8℃保存,保存时间按批准的执行。

2.4 半成品

2.4.1 配制

将原液按规定的同一病毒滴度进行配制,并加入适宜稳定剂,即为半成品。

2.4.2 半成品检定

按3.3项进行。

2.5 成品

2.5.1 分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2 分装及冻干

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。

2.5.3 规格

按标示量复溶后每瓶0.5ml或1.0ml。每1次人用剂量为0.5ml或1.0ml,含甲型肝炎活病毒应不低于6.50 lg $CCID_{50}$。

2.5.4 包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3 检定

3.1 病毒收获物检定

3.1.1 病毒滴定

按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于7.00 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.1.3 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.2 原液检定

3.2.1 病毒滴定

按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于7.00 lg $CCID_{50}$/ml。

3.2.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.2.3 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.3 半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4 成品检定

除水分测定外,应按标示量加入所附灭菌注射用水,复溶后进行以下各项检定。

3.4.1 鉴别试验

采用酶联免疫法进行检测,应证明含有甲肝病毒抗原。

3.4.2 外观

应为乳酪色疏松体,复溶后为澄明液体,无异物。

3.4.3 水分

应不高于3.0%(附录Ⅶ D)。

3.4.4 三氯甲烷残留量

应不高于0.006%(附录Ⅵ V)。

3.4.5 病毒滴定

取疫苗3～5瓶混合滴定,按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于6.50 lg $CCID_{50}$/剂。

3.4.6 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验,应与病毒滴定同时进行。于37℃放置72小时后,按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于6.50 lg $CCID_{50}$/剂,病毒滴度下降应不高于0.50 lg。

3.4.7 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/剂(附录Ⅷ I)。

3.4.8 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法检测,应不高于50ng/剂。

3.4.9 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4.10 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),应符合规定。

■3.4.11　细菌内毒素检查

应不高于 50EU/剂(附录Ⅻ E凝胶限度试验)。■[增订]

4　保存、运输及有效期

于 2～8℃避光保存和运输。自生产之日起,有效期为 18 个月。

5　疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水,应符合"凡例"中的有关要求。

5.1　装量

5.2　包装

5.3　执行标准

5.4　生产企业

5.5　有效期

6　使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

冻干甲型肝炎减毒活疫苗使用说明

【药品名称】

通用名称:冻干甲型肝炎减毒活疫苗

英文名称:Hepatitis A(Live) Vaccine,Freeze-dried

汉语拼音:Donggan ■Jia■[修订] xing Ganyan Jiandu Huoyimiao

【成分和性状】 本品系用甲型肝炎病毒减毒株接种人二倍体细胞,经培养、收获病毒液、提取后,加适宜的稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体,复溶后为澄明液体。

有效成分:甲型肝炎减毒活病毒。

辅料:应列出全部批准的辅料成分。

疫苗稀释剂:灭菌注射用水。

【接种对象】 1 岁半以上的甲型肝炎易感者。

【作用与用途】 接种本疫苗后,可刺激机体产生抗甲型肝炎病毒的免疫力。用于预防甲型肝炎。

【规格】 复溶后每瓶 0.5ml 或 1.0ml。每 1 次人用剂量为 0.5ml 或 1.0ml,含甲型肝炎活病毒应不低于 6.50 lg $CCID_{50}$。

【免疫程序和剂量】 (1)按标示量加入所附灭菌注射用水,待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌附着处皮下注射 1 剂。

【不良反应】

常见不良反应:

(1)一般接种疫苗后 24 小时内,注射部位可出现疼痛和触痛,多数情况下于 2～3 天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后 1～2 周内,可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应,一般持续 1～2 天后可自行缓解,不需处理,必要时适当休息,多喝开水,注意保暖,防止继发感染;对于中度发热反应或发热时间一般超过 48 小时者,可采用物理方法或药物对症处理。

(3)接种疫苗后,偶有皮疹出现,不需特殊处理,必要时可对症治疗。

罕见不良反应:

重度发热反应:应采用物理方法及药物对症处理,以防高热惊厥。

极罕见不良反应:

(1)过敏性休克:一般接种疫苗后 1 小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(2)过敏性皮疹:一般接种疫苗后 72 小时内出现荨麻疹,出现反应时,应及时就诊,给予抗过敏治疗。

(3)过敏性紫癜:出现过敏性紫癜反应时应及时就诊,应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗,治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含的任何成分,包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)妊娠期妇女。

(3)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期、发热者。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制剂治疗者。

(5)患未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)有以下情况者慎用:家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(3)开启疫苗瓶和注射时,切勿使消毒剂接触疫苗。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用。

(5)应备有肾上腺素等药物,以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少 30 分钟。

(6)注射人免疫球蛋白者应至少间隔 3 个月以上接种本疫苗,以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔 1 个月以上,以免影响免疫效果。

(8)本品为减毒活疫苗,一般不推荐在该病流行季节使用。

(9)妊娠期妇女慎用。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于 2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18 个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称:

生产地址:

邮政编码:

电话号码:

传真号码：

网　　址：

麻疹减毒活疫苗

Mazhen Jiandu Huoyimiao

Measles Vaccine, Live

本品系用麻疹病毒减毒株接种原代鸡胚细胞，经培养、收获病毒液后，加入适宜稳定剂冻干制成。用于预防麻疹。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合“凡例”的有关要求。

2　制造

2.1　生产用细胞

毒种制备及疫苗生产用细胞为原代鸡胚细胞。

2.1.1　细胞管理及检定

应符合“生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程”规定。

2.1.2　细胞制备

选用9～11日龄鸡胚，经胰蛋白酶消化、分散细胞，用适宜的培养液进行培养。来源于同一批鸡胚、同一容器内消化制备的鸡胚细胞为一个细胞消化批；源自同一批鸡胚、于同一天制备的多个细胞消化批为一个细胞批。

2.2　毒种

2.2.1　名称及来源

生产用毒种为麻疹病毒沪-191株、长-47株或经批准的其他麻疹病毒减毒株。

2.2.2　种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”规定。

沪-191主种子批应不超过第28代，工作种子批应不超过第32代；长-47主种子批应不超过第34代，工作种子批应不超过第40代。采用沪-191生产的疫苗应不超过第33代，采用长-47生产的疫苗应不超过第41代。

2.2.3　种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定，工作种子批应至少进行2.2.3.1～2.2.3.4项检定。

2.2.3.1　鉴别试验

将稀释至500～2000 $CCID_{50}$/ml的病毒液与适当稀释的麻疹病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种Vero细胞或FL细胞，在适宜的温度下培养7～8天判定结果。麻疹病毒应被完全中和(无细胞病变)；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于500 $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.2　病毒滴定

将毒种做10倍系列稀释，每稀释度病毒液接种Vero细胞或FL细胞，置适宜温度下培养7～8天判定结果。病毒滴度应不低于4.5 lg $CCID_{50}$/ml。应同时进行病毒参考品滴定。

2.2.3.3　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

2.2.3.4　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

2.2.3.5　病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C)，应符合规定。

2.2.3.6　免疫原性检查

用主种子批毒种制备原疫苗，按常规接种健康易感儿童至少30名，分别于免疫前及免疫后4～6周采血，测定麻疹病毒抗体，其抗体阳转率应不低于95%(HI法<1∶2，ELISA法<1∶200为阴性；HI法≥1∶2，ELISA法≥1∶200为阳性)。

2.2.3.7　猴体神经毒力试验

主种子批或工作种子批的毒种应进行猴体神经毒力试验，以证明无神经毒力。每次至少用10只麻疹抗体阴性的易感猴，每侧丘脑注射0.5ml(应不低于1个人用剂量的病毒量)，观察17～21天，不应有麻痹及其他神经症状出现。注射后48小时内猴死亡数不超过2只可以更换；如死亡超过20%，即使为非特异性死亡，试验也不能成立，应重试。观察期末，每只猴采血测麻疹病毒抗体，阳转率应不低于80%，并处死解剖，对大脑和脊髓的适当部位做病理组织学检查，应为阴性。每次试验同时有4只易感猴作为对照，待试验猴处死后10天，第2次采血，对照猴麻疹抗体应仍为阴性。

2.2.4　毒种保存

冻干毒种应于−20℃以下保存；液体毒种应于−60℃以下保存。

2.3　原液

2.3.1　细胞制备

按2.1.2项进行。

2.3.2　培养液

培养液为含适量灭能新生牛血清和乳蛋白水解物的Earle's液或其他适宜培养液。新生牛血清的质量应符合要求(附录ⅫD)。

2.3.3　对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C)，应符合规定。

2.3.4　病毒接种和培养

毒种按0.001～0.2MOI和细胞混合后分装于培养瓶中(同一工作种子批毒种应按同一MOI接种)，置适宜温度培养。当细胞出现一定程度病变时，倾去培养液，用不少于原培养液量的洗液洗涤细胞表面，并换以维持液继续培养。

2.3.5　病毒收获

观察细胞病变达到适宜程度时，收获病毒液。根据细胞生长情况，可换以维持液继续培养，进行多次病毒收获。同一

细胞批的同一次病毒收获液检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6 单次病毒收获液检定

按 3.1 项进行。

2.3.7 单次病毒收获液保存

于 2～8℃保存不超过 30 天。

2.3.8 单次病毒收获液合并

同一细胞批的多个单次病毒收获液检定合格后可合并为一批原液。

2.3.9 原液检定

按 3.2 项进行。

2.3.10 原液保存

于 2～8℃保存不超过 30 天。

2.4 半成品

2.4.1 配制

将原液按规定的同一病毒滴度进行配制，加入适宜稳定剂，即为半成品。多批检定合格的原液可制备成一批半成品。

2.4.2 半成品检定

按 3.3 项进行。

2.5 成品

2.5.1 分批

应符合“生物制品分批规程”规定。

2.5.2 分装及冻干

应符合“生物制品分装和冻干规程”规定。分装过程中的半成品疫苗应于 2～8℃放置。

2.5.3 规格

按标示量复溶后每瓶 0.5ml、1.0ml 或 2.0ml。每 1 次人用剂量为 0.5ml，含麻疹活病毒应不低于 3.0 lg $CCID_{50}$。

2.5.4 包装

应符合“生物制品包装规程”规定。

3 检定

3.1 单次病毒收获液检定

3.1.1 病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行。病毒滴度应不低于 4.5 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.1.3 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

3.2 原液检定

3.2.1 病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行。病毒滴度应不低于 4.5 lg $CCID_{50}$/ml。

3.2.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.2.3 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

3.3 半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.4 成品检定

除水分测定外，应按标示量加入所附灭菌注射用水，复溶后进行以下各项检定。

3.4.1 鉴别试验

按 2.2.3.1 项进行。

3.4.2 外观

应为乳酪色疏松体，复溶后应为橘红色或淡粉红色澄明液体，无异物。

3.4.3 水分

应不高于 3.0%(附录Ⅶ D)。

3.4.4 病毒滴定

取疫苗 3～5 瓶混合滴定，按 2.2.3.2 项进行，病毒滴度应不低于 3.3 lg $CCID_{50}$/ml。

3.4.5 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验，应与病毒滴定同时进行。于 37℃放置 7 天后，按 2.2.3.2 项进行，病毒滴度应不低于 3.3 lg $CCID_{50}$/ml，病毒滴度下降应不高于 1.0 lg。

3.4.6 牛血清白蛋白残留量

应不高于 50ng/剂(附录Ⅷ I)。

3.4.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法，应不高于 50ng/剂。

3.4.8 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.4.9 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F)，应符合规定。

■3.4.10 细菌内毒素检查

应不高于 50EU/剂(附录Ⅻ E 凝胶限度试验)。■[增订]

4 保存、运输及有效期

于 2～8℃避光保存和运输。自生产之日起，有效期为 18 个月。

5 疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水，应符合“凡例”的有关要求。

5.1 装量

5.2 包装

5.3 执行标准

5.4 生产企业

5.5 有效期

6 使用说明

应符合“生物制品包装规程”规定和批准的内容。

麻疹减毒活疫苗使用说明

【药品名称】

通用名称：麻疹减毒活疫苗

英文名称：Measles Vaccine, Live

汉语拼音：Mazhen Jiandu Huoyimiao

【成分和性状】 本品系用麻疹病毒减毒株接种原代鸡胚细胞，经培养、收获病毒液，加入适宜稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体，复溶后为橘红色或淡粉红色澄明液体。

有效成分：麻疹减毒活病毒。

辅料：应列出全部批准的辅料成分。

疫苗稀释剂：灭菌注射用水。

【接种对象】 8月龄以上的麻疹易感者。

【作用与用途】 接种本疫苗后，可刺激机体产生抗麻疹病毒的免疫力。用于预防麻疹。

【规格】 复溶后每瓶0.5ml、1.0ml或2.0ml。每1次人用剂量0.5ml，含麻疹活病毒应不低于3.0 lg $CCID_{50}$。

【免疫程序和剂量】 (1)按标示量加入所附灭菌注射用水，待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌下缘附着处皮下注射0.5ml。

【不良反应】

常见不良反应：

(1)一般接种疫苗后24小时内，在注射部位可出现疼痛和触痛，多数情况下于2～3天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后1～2周内，可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应，一般持续1～2天后可自行缓解，不需处理，必要时适当休息，多喝水，注意保暖，防止继发感染；对于中度发热反应或发热时间超过48小时者，可采用物理方法或药物进行对症处理。

(3)一般接种疫苗后6～12天内，少数儿童可能出现一过性皮疹，一般不超过2天可自行缓解，通常不需特殊处理，必要时可对症治疗。

罕见不良反应：

重度发热反应：应采用物理方法及药物对症处理，以防高热惊厥。

极罕见不良反应：

(1)过敏性皮疹：一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹，出现反应时，应及时就诊，给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克：一般注射疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)过敏性紫癜：出现过敏性紫癜反应时应及时就诊，应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗，治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)血小板减少性紫癜。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含任何成分，包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用：家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时，切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用，如需放置，应置2～8℃，并于30分钟内用完，剩余均应废弃。

(5)应备有肾上腺素等药物，以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔3个月以上接种本疫苗，以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔1个月；但本疫苗与风疹和腮腺炎减毒活疫苗可同时接种。

(8)本品为减毒活疫苗，不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后，应至少3个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称：

生产地址：

邮政编码：

电话号码：

传真号码：

网　　址：

风疹减毒活疫苗(人二倍体细胞)

Fengzhen Jiandu Huoyimiao(Ren Erbeiti Xibao)

Rubella Vaccine(Human Diploid Cell), Live

本品系用风疹病毒减毒株接种人二倍体细胞，经培养、收获病毒液后，加入适宜稳定剂冻干制成。用于预防风疹。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2　制造

2.1　生产用细胞

生产用细胞为人二倍体细胞2BS株、MRC-5株或经批准的其他细胞株。

2.1.1　细胞管理及检定

应符合“生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程”规定。

取自同批工作细胞库的1支或多支细胞，经复苏、扩增后的细胞仅用于一批疫苗的生产。

2BS株主细胞库细胞代次应不超过第23代，工作细胞库细胞代次应不超过第27代，生产疫苗用的细胞代次应不超过第44代；MRC-5株主细胞库细胞代次应不超过第23代，工作细胞库细胞代次应不超过第27代，生产疫苗用的细胞代次应不超过第33代。

2.1.2 细胞制备

取工作细胞库中的1支或多支细胞，经复苏、胰蛋白酶消化、37℃±0.5℃静置或旋转培养制备的一定数量并用于接种病毒的细胞为一个细胞批。

2.2 毒种

2.2.1 名称及来源

生产用毒株为风疹病毒BRDⅡ减毒株或经批准的其他经人二倍体细胞适应的减毒株。

2.2.2 种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”规定。

BRDⅡ株原始种子批为第25代，主种子批应不超过第28代，工作种子批应不超过第31代。生产疫苗的病毒代次应不超过第32代。

2.2.3 种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定，工作种子批应至少进行2.2.3.1～2.2.3.4项检定。

2.2.3.1 鉴别试验

将稀释至100～500 $CCID_{50}$/ml的病毒液与适当稀释的风疹病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种RK-13细胞，置32℃培养7～10天判定结果。风疹病毒应被完全中和(无细胞病变)；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于100 $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.2 病毒滴定

将毒种做10倍系列稀释，每稀释度病毒液接种RK-13细胞，置32℃培养7～10天判定结果。病毒滴度应不低于4.8 lg $CCID_{50}$/ml。应同时进行病毒参考品滴定。

2.2.3.3 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

2.2.3.4 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

2.2.3.5 病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C)，应符合规定。

2.2.3.6 免疫原性检查

用主种子批毒种制备原疫苗，按常规接种健康易感儿童至少30名，分别于免疫前及免疫后4～6周采血，测定风疹病毒抗体，抗体阳转率应不低于95%(HI法<1∶8为阴性，HI法≥1∶8为阳性)。

2.2.3.7 猴体神经毒力试验

主种子批或工作种子批的毒种应进行猴体神经毒力试验，以证明无神经毒力。每次至少用10只风疹抗体阴性的易感猴，每侧丘脑接种0.5ml(应不低于1个人用剂量的病毒量)，观察17～21天，不应有麻痹及其他神经症状出现。注射后48小时内猴死亡数不超过2只可以更换；如超过20%，即使为非特异性死亡，试验也不能成立，应重试。观察期末，每只猴采血测风疹病毒抗体，阳转率应不低于80%，并处死解剖，对大脑和脊髓的适当部位做病理组织学检查，应为阴性。每次试验同时有2只易感猴作为对照，待试验猴处死后10天，第2次采血，对照猴风疹抗体应仍为阴性。

2.2.4 毒种保存

冻干毒种应于－20℃以下保存；液体毒种应于－60℃以下保存。

2.3 原液

2.3.1 细胞制备

按2.1.2项进行。

2.3.2 培养液

培养液为含适量灭能新生牛血清的MEM或其他适宜培养液。新生牛血清的质量应符合要求(附录ⅩⅢ D)。

2.3.3 对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C)，应符合规定。

2.3.4 病毒接种和培养

将毒种按0.01～0.1MOI接种细胞(同一工作种子批毒种按同一MOI接种)，置30～32℃培养，当细胞出现一定程度病变时，倾去培养液，用不少于原培养液量的洗液洗涤细胞表面，并换以维持液继续培养。

2.3.5 病毒收获

观察细胞病变达到适宜程度时，收获病毒液。根据细胞的生长情况，可换以维持液继续培养，进行多次病毒收获。同一细胞批的同一次病毒收获液检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6 单次病毒收获液检定

按3.1项进行。

2.3.7 单次病毒收获液保存

于2～8℃保存不超过30天。

2.3.8 单次病毒收获液合并

同一细胞批生产的多个单次病毒收获液检定合格后可合并为一批原液。

2.3.9 原液检定

按3.2项进行。

2.3.10 原液保存

于2～8℃保存不超过30天。

2.4 半成品

2.4.1 配制

将原液按规定的同一病毒滴度进行适当稀释，加入适宜稳定剂，即为半成品。多批检定合格的原液可制成一批半成品。

2.4.2　半成品检定

按3.3项进行。

2.5　成品

2.5.1　分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2　分装及冻干

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。分装过程中半成品疫苗应于2～8℃放置。

2.5.3　规格

按标示量复溶后每瓶0.5ml或1.0ml。每1次人用剂量为0.5ml,含风疹活病毒应不低于3.2 lg $CCID_{50}$。

2.5.4　包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3　检定

3.1　单次病毒收获液检定

3.1.1　病毒滴定

按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于4.8 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.2　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.1.3　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.2　原液检定

3.2.1　病毒滴定

按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于4.8 lg $CCID_{50}$/ml。

3.2.2　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.2.3　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.3　半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4　成品检定

除水分测定外,应按标示量加入所附灭菌注射用水,复溶后进行以下各项检定。

3.4.1　鉴别试验

按2.2.3.1项进行。

3.4.2　外观

应为乳酪色疏松体,复溶后为橘红色澄明液体,无异物。

3.4.3　水分

应不高于3.0%(附录Ⅶ D)。

3.4.4　病毒滴定

取疫苗3～5瓶混合滴定,按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于3.5 lg $CCID_{50}$/ml。

3.4.5　热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验,应与病毒滴定同时进行。于37℃放置7天后,按2.2.3.2项进行,病毒滴度应不低于3.5 lg $CCID_{50}$/ml,病毒滴度下降应不高于1.0 lg。

3.4.6　牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/剂(附录Ⅷ I)。

3.4.7　抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法,应不高于50ng/剂。

3.4.8　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4.9　异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),应符合规定。

■3.4.10　细菌内毒素检查

应不高于50EU/剂(附录Ⅻ E凝胶限度试验)。■[增订]

4　保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起,有效期为18个月。

5　疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水,应符合"凡例"的有关要求。

5.1　装量

5.2　包装

5.3　执行标准

5.4　生产企业

5.5　有效期

6　使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

风疹减毒活疫苗(人二倍体细胞)使用说明

【药品名称】

通用名称:风疹减毒活疫苗(人二倍体细胞)

英文名称:Rubella Vaccine(Human Diploid Cell),Live

汉语拼音:Fengzhen Jiandu Huoyimiao(Ren Erbeiti Xibao)

【成分和性状】　本品系用风疹病毒减毒株接种人二倍体细胞,经培养、收获病毒液,加适宜稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体,复溶后应为橘红色澄明液体。

有效成分:风疹减毒活病毒。

辅料:应列出全部批准的辅料成分。

疫苗稀释剂:灭菌注射用水。

【接种对象】　8月龄以上的风疹易感者。

【作用与用途】　接种本疫苗后,可刺激机体产生抗风疹病毒的免疫力。用于预防风疹。

【规格】　复溶后每瓶0.5ml或1.0ml。每1次人用剂量为0.5ml,含风疹活病毒应不低于3.2 lg $CCID_{50}$。

【免疫程序和剂量】　(1)按标示量加入所附灭菌注射用水,待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌下缘附着处皮下注射0.5ml。

【不良反应】

常见不良反应：

(1)一般接种疫苗后24小时内,在注射部位可出现疼痛和触痛,多数情况下于2～3天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后1～2周内,可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应,一般持续1～2天后可自行缓解,不需处理,必要时适当休息,多喝水,注意保暖,防止继发感染;对于中度发热反应或发热时间超过48小时者,可采用物理方法或药物对症处理。

(3)皮疹:一般接种疫苗后72小时之内出现可能有轻微皮疹,可给予适当对症治疗,出疹时间一般不超过2天。

罕见不良反应：

重度发热反应:应采用物理方法及药物对症处理,以防高热惊厥。

极罕见不良反应：

(1)过敏性皮疹:一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹,出现反应时,应及时就诊,给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克:一般接种疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3) 过敏性紫癜:出现过敏性紫癜反应时应及时就诊,应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗,治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4) 成年人接种风疹疫苗后发生关节炎,临床表现为大关节疼痛、肿胀。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含任何成分,包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用:家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时,切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用,如需放置,应置2～8℃,并于30分钟内用完,剩余均应废弃。

(5)应备有肾上腺素等药物,以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔3个月以上接种本疫苗,以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔1个月;但本疫苗与麻疹和腮腺炎减毒活疫苗可同时接种。

(8)本品为减毒活疫苗,不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后,应至少3个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称：

生产地址：

邮政编码：

电话号码：

传真号码：

网　　址：

风疹减毒活疫苗(兔肾细胞)

Fengzhen Jiandu Huoyimiao(Tushen Xibao)

Rubella Vaccine(Rabbit Kidney Cell),Live

本品系用风疹病毒减毒株接种原代兔肾细胞,经培养、收获病毒后,加入适宜稳定剂冻干制成。用于预防风疹。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合“凡例”的有关要求。

2　制造

2.1　生产用细胞

生产用细胞为原代兔肾细胞或连续传代不超过5代的兔肾细胞。

2.1.1　细胞管理及检定

应符合“生物制品生产检定用细胞基质制备及检定规程”规定。

2.1.2　细胞制备

选用25～30日龄的家兔,无菌取肾,用胰蛋白酶消化,用培养液分散细胞,制备细胞悬液,分装培养瓶,置37℃培养成致密单层细胞。来源于同一批家兔、同一容器内消化制备的兔肾细胞为一个细胞消化批;源自同一批家兔、于同一天制备的多个细胞消化批为一个细胞批。

2.2　毒种

2.2.1　名称及来源

生产用毒种为风疹病毒松叶株。

2.2.2　种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”规定。

毒种用原代兔肾细胞传代,原始种子批传代应不超过第12代,主种子批应不超过第17代,工作种子批应不超过第18代,生产的疫苗应不超过第19代。

2.2.3　种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定,工作种子批应至少进行

2.2.3.1～2.2.3.5 项检定。

2.2.3.1　鉴别试验

将稀释至 100～500 $CCID_{50}$/ml 的病毒液与适当稀释的风疹病毒特异性免疫血清等量混合后，置 37℃水浴 60 分钟，接种 RK-13 细胞，置 32℃培养 14 天判定结果，风疹病毒应完全被中和(无细胞病变)；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于 100 $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.2　病毒滴定

将毒种做 10 倍系列稀释，每个稀释度病毒液接种 RK-13 细胞，置 32℃培养，14 天判定结果，病毒滴度应不低于 4.8 lg $CCID_{50}$/ml。应同时进行病毒参考品滴定。

2.2.3.3　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

2.2.3.4　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

2.2.3.5　病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C)，应符合规定。

2.2.3.6　免疫原性检查

用主种子批毒种制备原疫苗，按常规接种易感儿童至少 30 名，分别于免疫前及免疫后 4～6 周采血，测定风疹病毒抗体，抗体阳转率应不低于 95%(HI 法<1∶8 为阴性，HI 法≥1∶8 为阳性)。

2.2.3.7　猴体神经毒力试验

主种子批或工作种子批的毒种应进行猴体神经毒力试验，以证明无神经毒力。每次至少用 10 只风疹抗体阴性的易感猴，每侧丘脑注射 0.5ml(应不低于 1 个人用剂量的病毒量)，观察 17～21 天，不应有麻痹及其他神经症状出现。注射后 48 小时内猴死亡数不超过 2 只可以更换；如超过 20%，即使是非特异性死亡，试验也不能成立，应重试。观察期末，每只猴采血测风疹病毒抗体，阳转率应不低于 80%，并处死解剖，对大脑和脊髓的适当部位做病理组织学检查，应为阴性。每次试验同时有 2 只易感猴作为对照，待试验猴处死后 10 天，第 2 次采血，对照猴风疹抗体应为阴性。

2.2.4　毒种保存

冻干毒种应于－20℃以下保存；液体毒种应于－60℃以下保存。

2.3　原液

2.3.1　细胞制备

按 2.1.2 项进行。

2.3.2　培养液

培养液为含适量灭能新生牛血清和乳蛋白水解物的 MEM 培养液或其他适宜培养液。新生牛血清的质量应符合要求(附录Ⅻ D)。

2.3.3　对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C)，应符合规定。

2.3.4　病毒接种和培养

将毒种按 0.01～0.1MOI 接种细胞(同一工作种子批毒种应按同一 MOI 接种)，置 30～32℃培养，当细胞出现一定程度病变时，倾去培养液，用不少于原倍培养液量的洗液洗涤细胞表面，换含人血白蛋白的 MEM、199 或其他适宜的维持液。

2.3.5　病毒收获

当细胞病变达到相当程度时，收获病毒液。根据细胞生长情况，可换以维持液继续培养，进行多次病毒收获。同一细胞批的同一病毒收获液检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6　单次病毒收获液检定

按 3.1 项进行。

2.3.7　单次病毒收获液保存

于 8℃以下保存不超过 30 天。

2.3.8　单次病毒收获液合并

同一细胞批的多个单次病毒收获液检定合格后可合并为一批原液。

2.3.9　原液检定

按 3.2 项进行。

2.3.10　原液保存

于 2～8℃保存不超过 30 天。

2.4　半成品

2.4.1　配制

将原液按规定的同一病毒滴度进行适当稀释，并加入适量稳定剂，即为半成品。多批检定合格的原液可制成一批半成品。

2.4.2　半成品检定

按 3.3 项进行。

2.5　成品

2.5.1　分批

应符合“生物制品分批规程”规定。

2.5.2　分装及冻干

应符合“生物制品分装和冻干规程”规定。分装过程中的半成品疫苗应于 2～8℃放置。

2.5.3　规格

按标示量复溶后每瓶 0.5ml 或 1.0ml。每 1 次人用剂量为 0.5ml，含风疹活病毒应不低于 3.2 lg $CCID_{50}$。

2.5.4　包装

应符合“生物制品包装规程”规定。

3　检定

3.1　单次病毒收获液检定

3.1.1　病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行。病毒滴度应不低于 4.8 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.2　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.1.3　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

3.2 原液检定

3.2.1 病毒滴定

按 2.2.3.2 项进行,病毒滴度应不低于 4.8 lg $CCID_{50}$/ml。

3.2.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.2.3 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.3 半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4 成品检定

除水分测定外,应按标示量加入所附灭菌注射用水,复溶后进行以下各项检定。

3.4.1 鉴别试验

按 2.2.3.1 项进行。

3.4.2 外观

应为乳酪色疏松体,复溶后为橘红色澄明液体,无异物。

3.4.3 水分

应不高于 3.0%(附录Ⅶ D)。

3.4.4 病毒滴定

取疫苗 3～5 瓶混合滴定,按 2.2.3.2 项进行,病毒滴度应不低于 3.5 lg $CCID_{50}$/ml。

3.4.5 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验,应与病毒滴定同时进行。于 37℃放置 7 天后,按 2.2.3.2 项进行,病毒滴度应不低于 3.5 lg $CCID_{50}$/ml,病毒滴度下降应不高于 1.0 lg。

3.4.6 牛血清白蛋白残留量

应不高于 50ng/剂(附录Ⅷ I)。

3.4.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法,应不高于 50ng/剂。

3.4.8 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4.9 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),应符合规定。

■3.4.10 细菌内毒素检查

应不高于 50EU/剂(附录Ⅻ E 凝胶限度试验)。■[增订]

4 保存、运输与有效期

于 2～8℃避光保存和运输。自生产之日起,有效期为 18 个月。

5 疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水,应符合"凡例"的有关要求。

5.1 装量

5.2 包装

5.3 执行标准

5.4 生产企业

5.5 有效期

6 使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

风疹减毒活疫苗(兔肾细胞)使用说明

【药品名称】

通用名称:风疹减毒活疫苗(兔肾细胞)

英文名称:Rubella Vaccine (Rabbit Kidney Cell),Live

汉语拼音:Fengzhen Jiandu Huoyimiao(Tushen Xibao)

【成分和性状】 本品系用风疹病毒减毒株接种原代兔肾细胞,经培养、收获病毒液,加适宜稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体,复溶后为橘红色澄明液体。

主要成分:风疹减毒活病毒。

辅料:应列出全部批准的辅料成分。

疫苗稀释剂:灭菌注射用水。

【接种对象】 8 月龄以上的风疹易感者。

【作用与用途】 接种本疫苗后,可刺激机体产生抗风疹病毒的免疫力。用于预防风疹。

【规格】 复溶后每瓶 0.5ml 或 1.0ml。每 1 次人用剂量为 0.5ml,含风疹活病毒应不低于 3.2 lg $CCID_{50}$。

【免疫程序和剂量】 (1)按标示量加入所附灭菌注射用水,待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌下缘附着处皮下注射 0.5ml。

【不良反应】

常见不良反应:

(1)一般接种疫苗后 24 小时内,在注射部位可出现疼痛和触痛,多数情况下于 2～3 天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后 1～2 周内,可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应,一般持续 1～2 天后可自行缓解,不需处理,必要时适当休息,多喝水,注意保暖,防止继发感染;对于中度发热反应或发热时间超过 48 小时者,可采用物理方法或药物对症处理。

(3)皮疹:一般接种疫苗后 72 小时之内可能出现轻微皮疹,可给予适当对症治疗,出疹时间一般不超过 2 天。

罕见不良反应:

重度发热反应:应采用物理方法及药物对症处理,以防高热惊厥。

极罕见不良反应:

(1)过敏性皮疹:一般接种疫苗后 72 小时内出现荨麻疹,出现反应时,应及时就诊,给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克:一般接种疫苗后 1 小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3) 过敏性紫癜:出现过敏性紫癜反应时应及时就诊,应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗,治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)成年人接种本疫苗后发生关节炎,大关节疼痛、肿胀。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含任何成分,包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用:家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时,切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用,如需放置,应放置在2～8℃并于30分钟内用完,剩余均应废弃。

(5)应备有肾上腺素等药物,以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔3个月以上接种本疫苗,以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔1个月;但本疫苗与麻疹和腮腺炎减毒活疫苗可同时接种。

(8)本品为减毒活疫苗,不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后,应至少3个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称:

生产地址:

邮政编码:

电话号码:

传真号码:

网　　址:

腮腺炎减毒活疫苗

Saixianyan Jiandu Huoyimiao

Mumps Vaccine, Live

本品系用腮腺炎病毒减毒株接种原代鸡胚细胞,经培养、收获病毒液后,加适宜稳定剂冻干制成。用于预防流行性腮腺炎。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2　制造

2.1　生产用细胞

毒种制备及疫苗生产用细胞为原代鸡胚细胞。

2.1.1　细胞管理及检定

应符合"生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程"规定。

2.1.2　细胞制备

选用9～11日龄鸡胚,经胰蛋白酶消化,分散细胞,用适宜的培养液进行培养。来源于同一批鸡胚、同一容器内消化制备的鸡胚细胞为一个细胞消化批;源自同一批鸡胚、于同一天制备的多个细胞消化批为一个细胞批。

2.2　毒种

2.2.1　名称及来源

生产用毒种为腮腺炎病毒 S_{79} 株、Wm_{84} 株或经批准的其他腮腺炎病毒减毒株。

2.2.2　种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"规定。

S_{79} 株主种子批应不超过第3代,工作种子批应不超过第6代;Wm_{84} 株主种子批为不超过第8代,工作种子批应不超过第10代。S_{79} 株生产的疫苗应不超过第7代,Wm_{84} 株生产的疫苗应不超过第11代。

2.2.3　种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定,工作种子批应至少进行2.2.3.1～2.2.3.4项检定。

2.2.3.1　鉴别试验

将稀释至500～2000 $CCID_{50}$/ml的病毒液与腮腺炎病毒特异性免疫血清等量混合后,置37℃水浴60分钟,接种Vero细胞或FL细胞,在适宜的温度下培养8～10天判定结果。腮腺炎病毒应被完全中和(无细胞病变);同时设血清和细胞对照,应均为阴性;病毒对照的病毒滴度应不低于500 $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.2　病毒滴定

将毒种做10倍系列稀释,每稀释度病毒液接种Vero细胞或FL细胞,置适宜温度下培养8～10天判定结果,病毒滴度应不低于5.5 lg $CCID_{50}$/ml。应同时进行病毒参考品滴定。

2.2.3.3　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

2.2.3.4 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

2.2.3.5　病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.2.3.6　免疫原性检查

用主种子批毒种制备原疫苗,按常规接种健康易感儿童至少30名,分别于免疫前及免疫后4～6周采血,测定腮腺炎病毒抗体,其抗体阳转率应不低于90%(HI法及中和法抗

体<1∶2为阴性,HI法及中和法抗体≥1∶2为阳性)。

2.2.3.7 猴体神经毒力试验

主种子批或工作种子批的毒种应进行猴体神经毒力试验,以证明无神经毒力。每次至少用10只腮腺炎抗体阴性的易感猴,每侧丘脑接种0.5ml(应不低于1个人用剂量的病毒量),观察17～21天,不应有麻痹及其他神经症状出现。注射后48小时内猴死亡数不超过2只可以更换,如超过20%,即使为非特异性死亡,试验也不能成立,应重试。观察期末,每只猴采血测腮腺炎病毒抗体,阳转率应不低于80%,并处死解剖,对大脑和脊髓的适当部位做病理组织学检查,应为阴性。每次试验同时有2只易感猴作为对照,待试验猴处死后10天,第2次采血,对照猴腮腺炎抗体应仍为阴性。

2.2.4 毒种保存

冻干毒种应于－20℃以下保存;液体毒种应于－60℃以下保存。

2.3 原液

2.3.1 细胞制备

按2.1.2项进行。

2.3.2 培养液

培养液为含适量灭能新生牛血清和乳蛋白水解物的Earle's液或其他适宜培养液。新生牛血清的质量应符合要求(附录ⅩⅢ D)。

2.3.3 对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.3.4 病毒接种和培养

毒种按0.0001～0.05MOI和细胞混合后分装于培养瓶中(同一工作种子批毒种应按同一MOI接种),置适宜温度培养。当细胞出现一定程度病变时,倾去培养液,用不少于原培养液量的洗液洗涤细胞表面,并换以维持液继续培养。

2.3.5 病毒收获

观察细胞病变达到适宜程度时,收获病毒液。根据细胞生长情况,可换以维持液继续培养,进行多次病毒收获。同一细胞批的同一次病毒收获液检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6 单次病毒收获液检定

按3.1项进行。

2.3.7 单次病毒收获液保存

于2～8℃保存不超过30天。

2.3.8 单次病毒收获液合并

同一细胞批的多个单次病毒收获液检定合格后可合并为一批原液。

2.3.9 原液检定

按3.2项进行。

2.3.10 原液保存

于2～8℃保存不超过30天。

2.4 半成品

2.4.1 配制

将原液按同一病毒滴度进行配制,并加入适量稳定剂,即为半成品。多批检定合格的原液可制备成一批半成品。

2.4.2 半成品检定

按3.3项进行。

2.5 成品

2.5.1 分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2 分装及冻干

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。分装过程中半成品疫苗应于2～8℃放置。

2.5.3 规格

按标示量复溶后每瓶0.5ml或1.0ml。每1次人用剂量为0.5ml,含腮腺炎活病毒应不低于3.7 lg $CCID_{50}$。

2.5.4 包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3 检定

3.1 单次病毒收获液检定

3.1.1 病毒滴定

按2.2.3.2项进行。病毒滴度应不低于5.0 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.1.3 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.2 原液检定

3.2.1 病毒滴定

按2.2.3.2项进行。病毒滴度应不低于5.0 lg $CCID_{50}$/ml。

3.2.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.2.3 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.3 半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4 成品检定

除水分测定外,应按标示量加入所附灭菌注射用水,复溶后进行以下各项检定。

3.4.1 鉴别试验

按2.2.3.1项进行。

3.4.2 外观

应为乳酪色疏松体,复溶后应为橘红色或淡粉红色澄明液体,无异物。

3.4.3 水分

应不高于3.0%(附录Ⅶ D)。

3.4.4 病毒滴定

取疫苗3～5瓶混合滴定,方法同2.2.3.2项。病毒滴度

应不低于 4.0 lg $CCID_{50}$/ml。

3.4.5 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验，应与病毒滴定同时进行。于37℃放置7天后，按2.2.3.2项进行，病毒滴度应不低于4.0 lg $CCID_{50}$/ml，病毒滴度下降应不高于1.0 lg。

3.4.6 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/剂(附录Ⅷ I)。

3.4.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法，应不高于50ng/剂。

3.4.8 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.4.9 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F)，应符合规定。

■3.4.10 细菌内毒素检查

应不高于50EU/剂(附录Ⅻ E凝胶限度试验)。■[增订]

4 保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起，有效期为18个月。

5 疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水，应符合"凡例"的有关要求。

5.1 装量

5.2 包装

5.3 执行标准

5.4 生产企业

5.5 有效期

6 使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

腮腺炎减毒活疫苗使用说明

【药品名称】

通用名称：腮腺炎减毒活疫苗

英文名称：Mumps Vaccine, Live

汉语拼音：Saixianyan Jiandu Huoyimiao

【成分和性状】 本品系用腮腺炎病毒减毒株接种原代鸡胚细胞，经培养、收获病毒液，加适宜稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体，复溶后为橘红色或淡粉红色澄明液体。

有效成分：腮腺炎减毒活病毒。

辅料：应列出全部批准的辅料成分。

疫苗稀释剂：灭菌注射用水。

【接种对象】 8月龄以上的腮腺炎易感者。

【作用与用途】 接种本疫苗后，可刺激机体产生抗腮腺炎病毒的免疫力。用于预防流行性腮腺炎。

【规格】 复溶后每瓶0.5ml或1.0ml。每1次人用剂量为0.5ml，含腮腺炎活病毒应不低于3.7 lg $CCID_{50}$

【免疫程序和剂量】 (1)按标示量加入所附灭菌注射用水，待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌附着处皮下注射0.5ml。

【不良反应】

常见不良反应：

(1)一般接种疫苗后24小时内，在注射部位可出现疼痛和触痛，多数情况下于2～3天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后1～2周内，可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应，一般持续1～2天后可自行缓解，不需处理，必要时适当休息，多喝水，注意保暖，防止继发感染；对于中度发热反应或发热时间超过48小时者，可采用物理方法或药物对症处理。

(3)一般接种疫苗后6～12天内，少数儿童可能出现一过性皮疹，一般不超过2天可自行缓解，通常不需特殊处理，必要时可对症治疗。

(4)可能出现轻度腮腺和唾液腺肿大，一般在1周内自行好转，必要时可对症处理。

罕见不良反应：

重度发热反应：应采用物理方法及药物对症处理，以防高热惊厥。

极罕见不良反应：

(1)过敏性皮疹：一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹，出现反应时，应及时就诊，给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克：一般接种疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救进行治疗。

(3)出现睾丸炎。

(4)出现感觉神经性耳聋和急性肌炎。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含任何成分，包括辅料以及抗生素成分过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用：家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时，切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用，如需放置，应置2～8℃，并于30分钟内用完，剩余均应废弃。

(5)应备有肾上腺素等药物，以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔3个月以上接种本疫苗，以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔1个月；但本疫苗与风疹和麻疹减毒活疫苗可同时接种。

(8)本品为减毒活疫苗，不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后，应至少3个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称：

生产地址：

邮政编码：

电话号码：

传真号码：

网　　址：

麻疹风疹联合减毒活疫苗

Mazhen Fengzhen Lianhe Jiandu Huoyimiao

Measles and Rubella Combined Vaccine, Live

本品系用麻疹病毒减毒株接种原代鸡胚细胞和风疹病毒减毒株接种人二倍体细胞，经培养、收获病毒液后，按比例混合配制，加入适宜稳定剂冻干制成。用于预防麻疹和风疹。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合“凡例”的有关要求。

2　制造

2.1　单价原液

2.1.1　麻疹病毒原液制备

应符合“麻疹减毒活疫苗”中2.1～2.3.9项的规定。

2.1.2　风疹病毒原液制备

应符合“风疹减毒活疫苗（人二倍体细胞）”中2.1～2.3.9项的规定。

2.2　单价原液检定

2.2.1　麻疹病毒原液检定

除按“麻疹减毒活疫苗”中3.2项进行外，并应按本品种3.1.1项进行检定。

2.2.2　风疹病毒原液检定

除按“风疹减毒活疫苗（人二倍体细胞）”中3.2项进行外，并应按本品种3.1.2项进行检定。

2.3　单价原液保存

各单价原液的保存应按批准的执行。

2.4　半成品

2.4.1　配制

将麻疹和风疹病毒单价原液分别按规定的同一病毒滴度进行稀释后，等比例混合，加入适宜的稳定剂配制，即为半成品。

2.4.2　半成品检定

按3.2项进行。

2.5　成品

2.5.1　分批

应符合“生物制品分批规程”规定。

2.5.2　分装及冻干

应符合“生物制品分装和冻干规程”规定。分装过程中半成品疫苗应于2～8℃放置。

2.5.3　规格

复溶后每瓶0.5ml。每1次人用剂量为0.5ml，含麻疹和风疹活病毒均应不低于3.0 lg $CCID_{50}$。

2.5.4　包装

应符合“生物制品包装规程”规定。

3　检定

3.1　原液检定

3.1.1　麻疹病毒原液检定

3.1.1.1　鉴别试验

将稀释至500～2000 $CCID_{50}$/ml的病毒液与适当稀释的麻疹病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种Vero细胞或FL细胞，在适宜温度下培养7～8天判定结果。麻疹病毒应被完全中和（无细胞病变）；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于500 $CCID_{50}$/ml。

3.1.1.2　牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml（附录Ⅷ I）。

3.1.2　风疹病毒原液检定

3.1.2.1　鉴别试验

将稀释至100～500 $CCID_{50}$/ml的病毒液与适当稀释的风疹病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种RK-13细胞，置32℃培养7～10天判定结果。风疹病毒应被完全中和（无细胞病变）；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于100 $CCID_{50}$/ml。

3.1.2.2　牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml（附录Ⅷ I）。

3.2　半成品检定

无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

3.3　成品检定

除水分测定外，应按标示量加入所附灭菌注射用水，复溶后进行以下各项检定。

3.3.1　鉴别试验

鉴别试验应和病毒滴定同时进行。将适当稀释的麻疹病毒和风疹病毒特异性免疫血清混合后，与经适当稀释的疫苗供试品（稀释至风疹病毒含量为100～500 $CCID_{50}$/ml）混合，于适宜温度中和一定时间后，分别接种Vero细胞和RK-13

细胞，再分别于37℃±1℃和32℃±1℃培养7～10天判定结果。麻疹病毒和风疹病毒应被完全中和，不应出现任何细胞病变。同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照应为阳性。

3.3.2　外观

应为乳酪色疏松体，复溶后为橘红色或淡粉红色澄明液体，无异物。

3.3.3　水分

应不高于3.0%（附录Ⅶ D）。

3.3.4　病毒滴定

取疫苗3～5瓶复溶后混合滴定，并应同时进行病毒参考品滴定。

麻疹病毒滴定：供试品经风疹病毒特异性免疫血清中和风疹病毒后，在Vero细胞上滴定麻疹病毒。麻疹病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml。

风疹病毒滴定：供试品经麻疹病毒特异性免疫血清中和麻疹病毒后，在RK-13细胞上进行风疹病毒滴定，风疹病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml。

3.3.5　热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验，应与病毒滴定同时进行。于37℃放置7天后，按3.3.4项进行，麻疹和风疹病毒滴度均应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml。病毒滴度下降均应不高于1.0 lg。

3.3.6　牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/剂（附录Ⅷ I）。

3.3.7　抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法，应不高于50ng/剂。

3.3.8　无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

3.3.9　异常毒性检查

依法检查（附录Ⅻ F），应符合规定。

■3.3.10　细菌内毒素检查

应不高于50EU/剂（附录Ⅻ E凝胶限度试验）。■[增订]

4　保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起，有效期为18个月。

5　疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水，应符合"凡例"的有关要求。

5.1　装量

5.2　包装

5.3　执行标准

5.4　生产企业

5.5　有效期

6　使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

麻疹风疹联合减毒活疫苗使用说明

【药品名称】

通用名称：麻疹风疹联合减毒活疫苗

英文名称：Measles and Rubella Combined Vaccine, Live

汉语拼音：Mazhen Fengzhen Lianhe Jiandu Huoyimiao

【成分和性状】 本品系用麻疹病毒减毒株接种原代鸡胚细胞和风疹病毒减毒株接种人二倍体细胞，经培养、收获病毒液，按比例混合配制，加入适宜稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体，复溶后为橘红色澄明液体。

有效成分：麻疹和风疹减毒活病毒。

辅料：应列出全部批准的辅料成分。

疫苗稀释剂：灭菌注射用水。

【接种对象】 8月龄以上的麻疹和风疹易感者。

【作用与用途】 接种本疫苗后，可刺激机体产生抗麻疹病毒和风疹病毒的免疫力。用于预防麻疹和风疹。

【规格】 复溶后每瓶0.5ml。每1次人用剂量为0.5ml，含麻疹和风疹活病毒均应不低于3.0 lg $CCID_{50}$。

【免疫程序和剂量】 (1)按标示量加入所附灭菌注射用水，待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌下缘附着处皮下注射0.5ml。

【不良反应】

常见不良反应：

(1)一般接种疫苗后24小时内，在注射部位可出现疼痛和触痛，多数情况下于2～3天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后1～2周内，可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应，一般持续1～2天后可自行缓解，不需处理，必要时适当休息，多喝水，注意保暖，防止继发感染；对于中度发热反应或发热时间超过48小时者，可采用物理方法或药物进行对症处理。

(3)皮疹：一般接种疫苗后12天内可能有轻微皮疹出现，出疹时间一般不超过2天，通常不需特殊处理，必要时可对症治疗。

罕见不良反应：

重度发热反应：应采用物理方法及药物对症处理，以防高热惊厥。

极罕见不良反应：

(1)过敏性皮疹：一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹，出现反应时，应及时就诊，给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克：一般接种疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)过敏性紫癜：出现过敏性紫癜反应时应及时就诊，应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗，治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)出现血小板减少性紫癜。

(5)成年人接种本疫苗后发生关节炎，大关节疼痛、肿胀。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含任何成分，包括辅料以及

抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用:家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时,切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用。

(5)应备有肾上腺素等药物,以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少 30 分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔 3 个月以上接种本疫苗,以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔 1 个月;但本疫苗与腮腺炎减毒活疫苗可同时接种。

(8)本品为减毒活疫苗,不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后,应至少 3 个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于 2~8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18 个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称:

生产地址:

邮政编码:

电话号码:

传真号码:

网　　址:

麻疹腮腺炎联合减毒活疫苗

Mazhen Saixianyan Lianhe Jiandu Huoyimiao

Measles and Mumps Combined Vaccine, Live

本品系用麻疹病毒减毒株和腮腺炎病毒减毒株分别接种鸡胚细胞,经培养、收获病毒液,按比例混合配制,加适宜稳定剂冻干制成。用于预防麻疹和流行性腮腺炎。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2　制造

2.1　单价原液

2.1.1　麻疹病毒原液制备

应符合"麻疹减毒活疫苗"中 2.1~2.3.9 项的规定。

2.1.2　腮腺炎病毒原液制备

应符合"腮腺炎减毒活疫苗"中 2.1~2.3.9 项的规定。

2.2　单价原液检定

2.2.1　麻疹病毒原液检定

除按"麻疹减毒活疫苗"中 3.2 项进行外,并应按本品种 3.1.1 项进行检定。

2.2.2　腮腺炎病毒原液检定

除按"腮腺炎减毒活疫苗"中 3.2 项进行外,并应按本品种 3.1.2 项进行检定。

2.3　单价原液保存

各单价原液的保存应按批准的执行。

2.4　半成品

2.4.1　配制

将麻疹及腮腺炎单价原液按一定比例进行混合,且腮腺炎病毒滴度至少是麻疹病毒滴度的 5 倍,加入适量稳定剂后,即为半成品。

2.4.2　半成品检定

按 3.2 项进行。

2.5　成品

2.5.1　分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2　分装及冻干

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。分装过程中的半成品疫苗应于 2~8℃放置。

2.5.3　规格

复溶后每瓶 0.5ml。每 1 次人用剂量为 0.5ml,含麻疹活病毒应不低于 3.0 lg $CCID_{50}$,含腮腺炎活病毒应不低于 3.7 lg $CCID_{50}$。

2.5.4　包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3　检定

3.1　原液检定

3.1.1　麻疹病毒原液检定

3.1.1.1　鉴别试验

将稀释至 500~2000 $CCID_{50}$/ml 的麻疹病毒原液与麻疹病毒特异性免疫血清等量混合后,置 37℃水浴 60 分钟,接种 Vero 细胞或 FL 细胞,在适宜的温度下培养 7~8 天判定结果。麻疹病毒应被完全中和(无细胞病变);同时设血清和细胞对照,应均为阴性,病毒对照的病毒滴度应不低于 500 $CCID_{50}$/ml。

3.1.1.2　牛血清白蛋白残留量

应不高于 50ng/ml(附录Ⅷ I)。

3.1.2 腮腺炎病毒原液检定

3.1.2.1 鉴别试验

将稀释至500～2000 $CCID_{50}$/ml的腮腺炎病毒原液与腮腺炎病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种Vero细胞或FL细胞，在适宜的温度下培养7～8天判定结果。腮腺炎病毒应被完全中和（无细胞病变）；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于500 $CCID_{50}$/ml。

3.1.2.2 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml（附录Ⅷ I）。

3.2 半成品检定

无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

3.3 成品检定

除水分测定外，应按标示量加入所附灭菌注射用水，复溶后进行以下各项检定。

3.3.1 鉴别试验

鉴别试验应与病毒滴定同时进行。将适当稀释的麻疹病毒和腮腺炎病毒特异性免疫血清分别与经适当稀释的疫苗混合后，20～25℃中和90分钟，接种Vero细胞或FL细胞，37℃培养7～8天后判定结果。麻疹和腮腺炎病毒应被完全中和，不得出现任何其他细胞病变；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照应为阳性。

3.3.2 外观

应为乳酪色疏松体，复溶后应为橘红色澄明液体，无异物。

3.3.3 水分

应不高于3.0%（附录Ⅶ D）。

3.3.4 病毒滴定

取疫苗3～5瓶混合滴定，并应同时进行病毒参考品滴定。

麻疹疫苗病毒滴定：经腮腺炎病毒特异性免疫血清中和腮腺炎病毒后，在Vero细胞或FL细胞上滴定麻疹病毒。病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml。

腮腺炎疫苗病毒滴定：经麻疹病毒特异性免疫血清中和麻疹病毒后，在Vero细胞或FL细胞上滴定腮腺炎病毒。病毒滴度应不低于4.0 lg $CCID_{50}$/ml。

3.3.5 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验，应与病毒滴定同时进行。于37℃放置7天后，按3.3.4项进行，麻疹疫苗病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml，腮腺炎疫苗病毒滴度应不低于4.0 lg $CCID_{50}$/ml，两种疫苗病毒滴度下降均应不高于1.0 lg。

3.3.6 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/剂（附录Ⅷ I）。

3.3.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法，应不高于50ng/剂。

3.3.8 无菌检查

依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。

3.3.9 异常毒性检查

依法检查（附录Ⅻ F），应符合规定。

■3.3.10 细菌内毒素检查

应不高于50EU/剂（附录Ⅻ E凝胶限度试验）。■[增订]

4 保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起，有效期为18个月。

5 疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水，应符合"凡例"的有关要求。

5.1 装量

5.2 包装

5.3 执行标准

5.4 生产企业

5.5 有效期

6 使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

麻疹腮腺炎联合减毒活疫苗使用说明

【药品名称】

通用名称：麻疹腮腺炎联合减毒活疫苗

英文名称：Measles and Mumps Combined Vaccine，Live

汉语拼音：Mazhen Saixianyan Lianhe Jiandu Huoyimiao

【成分和性状】 本品系用麻疹病毒减毒株和腮腺炎病毒减毒株分别接种原代鸡胚细胞，经培养、收获病毒液，按比例混合配制，加适宜稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体，复溶后为橘红色澄明液体。

有效成分：麻疹和腮腺炎减毒活病毒。

辅料：应列出所有批准的辅料成分。

疫苗稀释剂：灭菌注射用水。

【接种对象】 8月龄以上的麻疹和流行性腮腺炎易感者。

【作用与用途】 接种本疫苗后，可刺激机体产生抗麻疹病毒和腮腺炎病毒的免疫力。用于预防麻疹和流行性腮腺炎。

【规格】 复溶后每瓶0.5ml。每1次人用剂量为0.5ml，含麻疹活病毒应不低于3.0 lg $CCID_{50}$，含腮腺炎活病毒应不低于3.7 lg $CCID_{50}$。

【免疫程序和剂量】 （1）按标示量加入所附灭菌注射用水，待疫苗复溶并摇匀后使用。

（2）于上臂外侧三角肌下缘附着处皮下注射0.5ml。

【不良反应】

常见不良反应：

（1）一般接种疫苗后24小时内，注射部位可出现疼痛和触痛，多数情况下于2～3天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后1～2周内，可能出现一过性发热反应。其中大多数为轻度发热反应，一般持续1～2天后可自行缓解，不需处理，必要时适当休息，多喝开水，注意保暖，防止继发感染；对于中度发热反应或发热时间超过48小时者，可给予物理方法或药物对症处理。

(3)一般接种疫苗后6～12天内，少数儿童可能出现一过性皮疹，一般不超过2天可自行缓解，通常不需特殊处理，必要时可对症治疗。

(4)可有轻度腮腺和唾液腺肿大，一般在1周内自行缓解，必要时可对症处理。

罕见不良不反应：

重度发热反应：应采用物理方法及药物对症处理，以防高热惊厥。

极罕见不良反应：

(1)过敏性皮疹：一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹，出现反应时，应及时就诊，给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克：一般接种疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)偶有接种者出现睾丸炎。

(4)过敏性紫癜：出现过敏性紫癜反应时应及时就诊，应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗，治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(5)血小板减少性紫癜。

(6)感觉神经性耳聋和急性肌炎。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含任何成分，包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用：家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时，切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用。

(5)应备有肾上腺素等药物，以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔3个月以上接种本疫苗，以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗应至少间隔1个月；但本疫苗与风疹减毒活疫苗可同时接种。

(8)本品为减毒活疫苗，不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后，应至少3个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】 于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称：

生产地址：

邮政编码：

电话号码：

传真号码：

网　　址：

麻腮风联合减毒活疫苗

Ma Sai Feng Lianhe Jiandu Huoyimiao

Measles, Mumps and Rubella Combined Vaccine, Live

本品系用麻疹病毒减毒株和腮腺炎病毒减毒株分别接种原代鸡胚细胞、风疹病毒减毒株接种人二倍体细胞，经培养、收获病毒液，按比例混合配制，加入适宜稳定剂冻干制成。用于预防麻疹、腮腺炎和风疹。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2　制造

2.1　单价原液

2.1.1　麻疹病毒原液制备

应符合"麻疹减毒活疫苗"中2.1～2.3.9项的规定。

2.1.2　腮腺炎病毒原液制备

应符合"腮腺炎减毒活疫苗"中2.1～2.3.9项的规定。

2.1.3　风疹病毒原液制备

应符合"风疹减毒活疫苗(人二倍体细胞)"中2.1～2.3.9项的规定。

2.2　单价原液检定

2.2.1　麻疹病毒原液检定

除按"麻疹减毒活疫苗"中3.2项进行外，并应按本品种3.1.1项进行检定。

2.2.2　腮腺炎病毒原液检定

除按"腮腺炎减毒活疫苗"中3.2项进行外，并应按本品种3.1.2项进行检定。

2.2.3　风疹病毒原液检定

除按"风疹减毒活疫苗(人二倍体细胞)"中3.2项进行外，并应按本品种3.1.3项进行检定。

2.3 单价原液保存

各单价原液的保存应按批准的执行。

2.4 半成品

2.4.1 配制

将检定合格的麻疹病毒、腮腺炎病毒和风疹病毒单价原液根据病毒滴度按一定比例进行配制，其中麻疹和风疹病毒滴度比例应为1∶1，腮腺炎病毒滴度至少是麻疹或风疹病毒滴度的5倍。加入适宜的稳定剂后即为半成品。

2.4.2 半成品检定

按3.2项进行。

2.5 成品

2.5.1 分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2 分装及冻干

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。分装过程中的半成品疫苗应于2～8℃放置。

2.5.3 规格

复溶后每瓶0.5ml。每1次人用剂量为0.5ml，含麻疹和风疹活病毒均应不低于3.0 lg $CCID_{50}$，含腮腺炎活病毒应不低于3.7 lg $CCID_{50}$。

2.5.4 包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3 检定

3.1 原液检定

3.1.1 麻疹病毒原液检定

3.1.1.1 鉴别试验

将稀释至500～2000 $CCID_{50}$/ml的病毒液与适当稀释的麻疹病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种Vero细胞或FL细胞，在适宜温度下培养7～8天判定结果。麻疹病毒应被完全中和(无细胞病变)；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于500 $CCID_{50}$/ml。

3.1.1.2 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml(附录Ⅷ I)。

3.1.2 腮腺炎病毒原液检定

3.1.2.1 鉴别试验

将稀释至500～2000 $CCID_{50}$/ml的病毒液与腮腺炎病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种Vero细胞或FL细胞，在适宜温度下培养8～10天判定结果。腮腺炎病毒应被完全中和(无细胞病变)；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于500 $CCID_{50}$/ml。

3.1.2.2 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml(附录Ⅷ I)。

3.1.3 风疹病毒原液检定

3.1.3.1 鉴别试验

将稀释至100～500 $CCID_{50}$/ml病毒原液与适当稀释的风疹病毒特异性免疫血清等量混合后，置37℃水浴60分钟，接种RK-13细胞，置32℃培养7～10天判定结果。风疹病毒应被完全中和(无细胞病变)；同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照的病毒滴度应不低于100 $CCID_{50}$/ml。

3.1.3.2 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml(附录Ⅷ I)。

3.2 半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.3 成品检定

除水分测定外，应按标示量加入所附灭菌注射用水，复溶后进行以下各项检定。

3.3.1 鉴别试验

鉴别试验应与病毒滴定同时进行。将适当稀释的麻疹病毒、腮腺炎病毒和风疹病毒特异性免疫血清混合后，与经适当稀释的疫苗供试品(稀释至风疹病毒含量为100～500 $CCID_{50}$/ml)混合，于适宜温度中和一定时间后，分别接种Vero细胞和RK-13细胞，再分别于37℃±1℃和32℃±1℃培养7～10天判定结果。麻疹、腮腺炎和风疹病毒应被完全中和，不应出现任何细胞病变。同时设血清和细胞对照，均应为阴性；病毒对照应为阳性。

3.3.2 外观

应为乳酪色疏松体，复溶后为橘红色澄明液体，无异物。

3.3.3 水分

应不高于3.0%(附录Ⅶ D)。

3.3.4 病毒滴定

取疫苗3～5瓶复溶后混合滴定，并应同时进行病毒参考品滴定。

麻疹病毒滴定：供试品经腮腺炎病毒和风疹病毒特异性免疫血清中和腮腺炎病毒和风疹病毒后，在Vero细胞上滴定麻疹病毒，麻疹病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml。

腮腺炎病毒滴定：供试品经麻疹病毒和风疹病毒特异性免疫血清中和麻疹病毒和风疹病毒后，在Vero细胞上滴定腮腺炎病毒，腮腺炎病毒滴度应不低于4.0 lg $CCID_{50}$/ml。

风疹病毒滴定：供试品经腮腺炎病毒和麻疹病毒特异性免疫血清中和腮腺炎病毒和麻疹病毒后，在RK-13细胞上进行风疹病毒滴定，风疹病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml。

3.3.5 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验，应与病毒滴定同时进行。于37℃放置7天后，按3.3.4项进行，麻疹病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml，腮腺炎病毒滴度应不低于4.0 lg $CCID_{50}$/ml，风疹病毒滴度应不低于3.3 lg $CCID_{50}$/ml，各病毒滴度下降均应不高于1.0 lg。

3.3.6 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/剂(附录Ⅷ I)。

3.3.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免

疫法，应不高于50ng/剂。

3.3.8　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.3.9　异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F)，应符合规定。

■3.3.10　细菌内毒素检查

应不高于50EU/剂(附录Ⅻ E凝胶限度试验)。■[增订]

4　保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起，有效期为18个月。

5　疫苗稀释剂

疫苗稀释剂为灭菌注射用水，应符合"凡例"的有关要求。

5.1　装量

5.2　包装

5.3　执行标准

5.4　生产企业

5.5　有效期

6　使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

麻腮风联合减毒活疫苗使用说明

【药品名称】

通用名称：麻腮风联合减毒活疫苗

英文名称：Measles, Mumps and Rubella Combined Vaccine, Live

汉语拼音：Ma Sai Feng Lianhe Jiandu Huoyimiao

【成分和性状】　本品系用麻疹病毒减毒株和腮腺炎病毒减毒株分别接种原代鸡胚细胞、风疹病毒减毒株接种人二倍体细胞，经培养、收获病毒液，按比例混合配制，加入适宜稳定剂冻干制成。为乳酪色疏松体，复溶后为橘红色澄明液体。

有效成分：麻疹、风疹和腮腺炎减毒活病毒。

辅料：应列出所有批准的辅料成分。

疫苗稀释剂：灭菌注射用水。

【接种对象】　8月龄以上的麻疹、腮腺炎和风疹易感者。

【作用与用途】　接种本疫苗后，可刺激机体产生抗麻疹病毒、腮腺炎病毒和风疹病毒的免疫力。用于预防麻疹、腮腺炎和风疹。

【规格】　复溶后每瓶0.5ml。每1次人用剂量为0.5ml，含麻疹和风疹活病毒均应不低于3.0 lg $CCID_{50}$，含腮腺炎活病毒应不低于3.7 lg $CCID_{50}$。

【免疫程序和剂量】　(1)按标示量加入所附灭菌注射用水，待疫苗复溶并摇匀后使用。

(2)于上臂外侧三角肌下缘附着处皮下注射0.5ml。

【不良反应】

常见不良反应：

(1)一般接种疫苗后24小时内，注射部位可出现疼痛和触痛，多数情况下于2～3天内自行消失。

(2)一般接种疫苗后1～2周内，可能出现一过性发热反应。其中为轻度发热反应，一般持续1～2天后可自行缓解，不需处理，必要时适当休息，多喝开水，注意保暖，防止继发感染；对于中度发热反应或发热时间超过48小时者，可采用物理方法或药物对症处理。

(3)皮疹：一般接种疫苗后6～12天，可能出现散在皮疹，出疹时间一般不超过2天，通常不需特殊处理，必要时可对症治疗。

(4)可有轻度腮腺和唾液腺肿大，一般在1周内自行好转，必要时可对症处理。

罕见不良反应：

重度发热反应：应采用物理方法及药物对症处理，以防高热惊厥。

极罕见不良反应：

(1)过敏性皮疹：一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹，出现反应时，应及时就诊，给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克：一般接种疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)过敏性紫癜：出现过敏性紫癜反应时应及时就诊，应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗，治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)血小板减少性紫癜。

(5)成年人接种本疫苗后发生关节炎，大关节疼痛、肿胀。

【禁忌】　(1)已知对该疫苗所含任何成分，包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)妊娠期妇女。

(4)免疫缺陷、免疫功能低下或正在接受免疫抑制治疗者。

(5)患脑病、未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

【注意事项】　(1)以下情况者慎用：家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者、哺乳期妇女。

(2)开启疫苗瓶和注射时，切勿使消毒剂接触疫苗。

(3)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗复溶后出现浑浊等外观异常者均不得使用。

(4)疫苗瓶开启后应立即使用。

(5)应备有肾上腺素等药物，以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)注射免疫球蛋白者应至少间隔3个月以上接种本疫苗，以免影响免疫效果。

(7)使用其他减毒活疫苗与接种本疫苗间隔至少1个月。

(8)本品为减毒活疫苗，不推荐在该疾病流行季节使用。

(9)育龄妇女注射本疫苗后，应至少3个月内避免怀孕。

(10)严禁冻结。

【贮藏】　于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18 个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称:

生产地址:

邮政编码:

电话号码:

传真号码:

网　　址:

双价肾综合征出血热灭活疫苗(Vero 细胞)

Shuangjia Shenzonghezheng Chuxuere Miehuoyimao (Vero Xibao)

Haemorrhagic Fever with Renal Syndrome Bivalent Vaccine(Vero Cell), Inactivated

本品系用Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热(简称出血热)病毒分别接种 Vero 细胞,经培养、收获、病毒灭活、纯化,混合后加入氢氧化铝佐剂制成。用于预防Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2　制造

2.1　生产用细胞

生产用细胞为 Vero 细胞。

2.1.1　细胞管理及检定

应符合"生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程"规定。各级细胞库细胞代次应不超过批准的限定代次。

取自同批工作细胞库的 1 支或多支细胞,经复苏、扩增后的细胞仅用于一批疫苗的生产。

2.1.2　细胞制备

取工作细胞库的 1 支或多支细胞,经复苏、扩增至接种病毒的细胞为一批。将复苏后的单层细胞用胰蛋白酶或其他适宜的消化液进行消化,分散成均匀的细胞,加入适宜培养液混合均匀,置 37℃培养成均匀单层细胞。

2.2　毒种

2.2.1　名称及来源

生产用毒种为分离自肾综合征出血热病人血清的Ⅰ型出血热病毒 SD9805 株和Ⅱ型出血热病毒 HB9908 株,或其他经批准的出血热Ⅰ型和Ⅱ型毒株。

2.2.2　种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"规定。

出血热毒种 SD9805 株和 HB9908 株的原始种子批均为鼠脑第 3 代。原始种子批毒种经 Vero 细胞传代分别建立主种子批和工作种子批。Ⅰ型出血热毒种 SD9805 株主种子批应不超过第 9 代,工作种子批应不超过第 14 代;Ⅱ型出血热毒种 HB9908 株主种子批应不超过第 8 代,工作种子批应不超过第 13 代。

2.2.3　种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定,工作种子批应至少进行 2.2.3.1～2.2.3.4 项检定。

2.2.3.1　鉴别试验

将各型毒种做 10 倍系列稀释,每个稀释度分别与已知相应型别的出血热病毒免疫血清参考品和阴性兔血清等量混合,分别置 37℃水浴 90 分钟,接种于 Vero-E_6 单层细胞,于 37℃培养 10～14 天,以免疫荧光法测定,中和指数应大于 1000。同时设病毒阳性对照、细胞阴性对照。

2.2.3.2　病毒滴定

将各型毒种做 10 倍系列稀释,取适宜稀释度接种 Vero-E_6细胞,于 33℃培养 10～12 天,采用免疫荧光法进行测定,病毒滴度均应不低于 7.0 lg $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.3　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

2.2.3.4　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

2.2.3.5　病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.2.3.6　免疫原性检查

取主种子批毒种制备双价原疫苗,接种 2kg 左右的白色家兔 4 只(家兔出血热病毒抗体应为阴性),免疫 2 次,间隔 7 天,每只后肢肌内注射 1.0ml。第 1 次免疫后 4 周采血分离血清,用蚀斑减少中和试验检测中和抗体,中和用病毒为出血热病毒 76-118 株和 UR 株,同时用血清参考品作对照(参考血清应符合规定)。4 只家兔的Ⅰ型和Ⅱ型出血热中和抗体滴度均应不低于 1∶10。

2.2.4　毒种保存

冻干毒种应于－20℃以下保存;液体毒种应于－60℃以下保存。

2.3　单价原液

2.3.1　细胞制备

按 2.1.2 项进行。

2.3.2　培养液

培养液为含适量灭能新生牛血清的 MEM。新生牛血清的质量应符合规定(附录Ⅻ D)。

2.3.3　对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.3.4　病毒接种和培养

当细胞培养成致密单层后，将出血热病毒Ⅰ型和Ⅱ型毒种按0.002～0.02MOI分别接种细胞(每个型别的同一工作种子批毒种应按同一MOI接种)，置适宜温度培养一定时间后，弃去培养液，用灭菌PBS或其他适宜洗液冲洗去除牛血清，加入适量的维持液，置33～35℃继续培养适宜的时间。

2.3.5　病毒收获

继续培养一定时间后，收获病毒液。根据细胞生长情况，可换以维持液继续培养，进行多次病毒收获。同一细胞批的同一次病毒收获液经检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6　单次病毒收获液检定

按3.1项进行。

2.3.7　单次病毒收获液保存

于2～8℃保存不超过30天。

2.3.8　病毒灭活

应在规定的蛋白质含量范围内进行病毒灭活。病毒收获液中按1∶4000的比例加入β-丙内酯，置适宜温度、在一定的时间内灭活病毒，并于适宜的温度放置一定时间，以确保β-丙内酯完全水解。病毒灭活到期后，每个病毒灭活容器应立即取样，分别进行病毒灭活验证试验。

2.3.9　合并、超滤浓缩

同一细胞批的单次病毒收获液经检定合格后可合并为单价病毒收获液，并进行适宜倍数的超滤浓缩至规定的蛋白质含量范围。

2.3.10　纯化

采用柱色谱法或其他适宜的方法进行纯化。纯化后取样进行抗原含量及蛋白质含量测定，加入适宜的稳定剂，即为单价原液。

2.3.11　单价原液保存

于2～8℃条件下保存不超过■90■[修订]天。

2.3.12　单价原液检定

按3.2项进行。

2.4　半成品

2.4.1　配制

将Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒单价原液分别按抗原含量为1∶128稀释后等量混合，且总蛋白质含量应不超过40μg/剂，加入适宜稳定剂以及适量硫柳汞防腐剂和氢氧化铝佐剂后，即为半成品。

2.4.2　半成品检定

按3.3项进行。

2.5　成品

2.5.1　分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2　分装

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。

2.5.3　规格

每瓶1.0ml。每1次人用剂量为1.0ml。

2.5.4　包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3　检定

3.1　单次病毒收获液检定

3.1.1　病毒滴定

按2.2.3.2项进行，病毒滴度应不低于6.5 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.2　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.1.3　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

3.1.4　抗原含量

采用酶联免疫法，应不低于1∶64。

3.1.5　病毒灭活验证试验

按灭活后的单次病毒收获液总量的0.1%抽取供试品，透析后接种于Vero-E_6细胞，盲传3代，每10～14天传1代，每代以免疫荧光法检查病毒，结果应均为阴性。

3.2　单价原液检定

3.2.1　蛋白质含量

应不高于160μg/ml(附录Ⅵ B第二法)。

3.2.2　抗原含量

采用酶联免疫法，应不低于1∶512。

3.2.3　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.2.4　牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml(附录Ⅷ I)。

3.2.5　Vero细胞DNA残留量

应不高于100pg/ml(附录Ⅸ B第一法)。

3.2.6　Vero细胞蛋白质残留量

采用酶联免疫法，应不高于2μg/剂。

3.3　半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.4　成品检定

3.4.1　鉴别试验

按2.2.3.6项进行，应符合规定。效价测定不合格时，鉴别试验不成立。

3.4.2　外观

应为微乳白色混悬液体，久置形成可摇散的沉淀，无异物。

3.4.3　装量

依法检查(附录Ⅰ A)，应不低于标示量。

3.4.4　化学检定

3.4.4.1　pH值

应为7.2～8.0(附录Ⅴ A)。

3.4.4.2　硫柳汞含量

应不高于50μg/ml(附录Ⅶ B)。

3.4.4.3　氢氧化铝含量

应不高于0.6mg/ml(附录Ⅶ F)。

3.4.5 效价测定

按 2.2.3.6 项进行,4 只家兔的Ⅰ型和Ⅱ型出血热中和抗体滴度均应不低于 1∶10。

3.4.6 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验,于 37℃放置 7 天,按 3.4.5 项进行效价测定,如合格,视为效价测定合格。

3.4.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法,应不高于 50ng/剂。

3.4.8 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4.9 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),应符合规定。

3.4.10 细菌内毒素检查

应不高于 50EU/剂(附录Ⅻ E 凝胶限度试验)。

4 保存、运输及有效期

于 2~8℃避光保存和运输。自生产之日起,有效期为 20 个月。

5 使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

双价肾综合征出血热灭活疫苗(Vero 细胞)使用说明

【药品名称】

通用名称:双价肾综合征出血热灭活疫苗(Vero 细胞)

英文名称:Haemorrhagic Fever with Renal Syndrome Bivalent Vaccine (Vero Cell),Inactivated

汉语拼音:Shuangjia Shenzonghezheng Chuxuere Miehuoyimiao (Vero Xibao)

【成分和性状】 本品系用Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒分别接种 Vero 细胞,经培养、收获、病毒灭活、纯化,混合后加入稳定剂和氢氧化铝佐剂制成。为微乳白色混悬液体,含硫柳汞防腐剂。

有效成分:灭活的Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒。

辅料:应列出全部批准的辅料成分。

【接种对象】 肾综合征出血热疫区的居民及进入该地区的人员,主要对象为 16~60 岁的高危人群。

【作用与用途】 接种本品后,可刺激机体产生针对Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒的免疫力。用于预防Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热。

【规格】 每瓶 1.0ml。每 1 次人用剂量为 1.0ml。

【免疫程序和剂量】 (1)于上臂外侧三角肌肌内注射。

(2)基础免疫为 2 针,于 0 天(第 1 天,当天)、14 天(第 15 天)各接种 1 剂疫苗,基础免疫后 1 年应加强免疫 1 剂。

【不良反应】

常见不良反应:

(1)接种本疫苗后,注射部位可出现局部疼痛、发痒、局部轻微红肿。

(2)全身性反应可有轻度发热反应、不适、疲倦等,一般不需处理可自行消退。

罕见不良反应:

(1)短暂中度以上发热:应采用物理方法或药物对症处理,以防高热惊厥或继发其他疾病。

(2)局部中度以上红肿,一般 3 天内即可自行消退,不需任何处理,适当休息即可恢复正常;反应较重的局部红肿可用干净的毛巾热敷,每天数次,每次 10~15 分钟可助红肿消退。

极罕见不良反应:

(1)过敏性皮疹:一般接种疫苗后 72 小时内出现荨麻疹,出现反应时,应及时就诊,给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克:一般接种疫苗后 1 小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)过敏性紫癜:出现过敏性紫癜反应时应及时就诊,应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗,治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)周围神经炎:应及时就诊。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含任何成分,包括辅料以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)患未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

(4)妊娠及哺乳期妇女。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用:家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者。

(2)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗瓶内有异物者均不得使用。

(3)疫苗瓶开启后应立即使用。

(4)注射免疫球蛋白者应至少间隔 1 个月以上接种疫苗,以免影响免疫效果。

(5)应备有肾上腺素等药物,以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少 30 分钟。

(6)严禁冻结。

【贮藏】 于 2~8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 20 个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称:

生产地址:

邮政编码:

电话号码:

传真号码:

网　址:

双价肾综合征出血热灭活疫苗(地鼠肾细胞)

Shuangjia Shenzonghezheng Chuxuere Miehuoyimiao (Dishushen Xibao)

Haemorrhagic Fever with Renal Syndrome Bivalent Vaccine(Hamster Kidney Cell), Inactivated

本品系用Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热(简称出血热)病毒分别接种原代地鼠肾细胞,经培养、收获病毒液,病毒灭活、纯化,混合后加入氢氧化铝佐剂制成。用于预防Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热。

1 基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2 制造

2.1 生产用细胞

生产用细胞为原代地鼠肾细胞。

2.1.1 细胞管理及检定

应符合"生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程"规定。

2.1.2 细胞制备

选用12~14日龄的地鼠,无菌取肾,剪碎,经胰蛋白酶消化,用培养液分散细胞,制备成细胞悬液,分装培养瓶,置37℃培养成致密单层细胞。来源于同一批地鼠、同一容器内消化制备的地鼠肾细胞为一个细胞消化批;源自同一批地鼠、于同一天制备的多个细胞消化批为一个细胞批。

2.2 毒种

2.2.1 名称及来源

生产用毒株为Ⅰ型出血热病毒PS-6株和Ⅱ型出血热病毒L_{99}株,或经批准的其他适应地鼠肾细胞的Ⅰ型和Ⅱ型出血热毒株。

2.2.2 种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"规定。

Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒分别接种原代地鼠肾细胞制备原始种子批、主种子批和工作种子批。PS-6株原始种子批为第5代,主种子批应不超过第8代,工作种子批应不超过第10代,生产的疫苗应不超过第11代;L_{99}株原始种子批为第13代,主种子批L_{99}株应不超过第16代,工作种子批应不超过第18代,生产的疫苗应不超过第19代。

2.2.3 种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定,工作种子批应至少进行2.2.3.1~2.2.3.4项检定。

2.2.3.1 鉴别试验

将各型毒种做10倍系列稀释,每个稀释度分别与已知相应型别的出血热病毒免疫血清参考品和阴性兔血清等量混合,置37℃水浴90分钟,接种于单层Vero-E_6细胞或地鼠肾细胞,于适宜条件下培养,观察10~14天。以免疫荧光法测定,中和指数应大于1000。同时设病毒阳性对照、细胞阴性对照。

2.2.3.2 病毒滴定

将各型毒种做10倍系列稀释,接种地鼠肾细胞,于33℃培养10~12天,用免疫荧光法测定,主种子批病毒滴度应不低于7.5 lg $CCID_{50}$/ml,工作种子批病毒滴度应不低于7.0 lg $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.3 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

2.2.3.4 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

2.2.3.5 病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.2.3.6 免疫原性检查

取主种子批毒种制备双价原疫苗,接种体重为2kg左右的白色家兔4只(家兔出血热病毒抗体应为阴性),免疫2次,间隔14天。每只后肢肌内注射1.0ml。第1次免疫后4周采血分离血清,用蚀斑减少中和试验测中和抗体,中和用病毒为出血热病毒76-118株和UR株;同时用参考血清作对照(参考血清应符合规定),4只家兔的Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒中和抗体滴度均应不低于1∶10。

2.2.4 毒种保存

种子批毒种应于-60℃以下保存。

2.3 单价原液

2.3.1 细胞制备

按2.1.2项进行。

2.3.2 培养液

培养液为加入适量灭能新生牛血清和乳蛋白水解物的Earle's液或其他适宜培养液。新生牛血清的质量应符合要求(附录ⅩⅢ D)。

2.3.3 对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.3.4 病毒接种和培养

当细胞培养成致密单层后,用出血热病毒Ⅰ型和Ⅱ型毒种按0.01~0.1MOI分别接种细胞(每个型别的同一工作种子批毒种应按同一MOI接种),置适宜的温度下培养一定时间后,弃去培养液,用灭菌PBS或其他适宜洗液冲洗去除牛血清,加入适量的维持液,置33~35℃继续培养适当的时间。

2.3.5 病毒收获

培养适宜天数后,收获病毒液。根据细胞生长情况,可换以维持液继续培养,进行多次病毒收获。同一细胞批的同一

次病毒收获液经检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6　单次病毒收获液检定

按3.1项进行。

2.3.7　单次病毒收获液保存

于2～8℃保存不超过30天。

2.3.8　病毒灭活

应在规定的蛋白质含量范围内进行病毒灭活。单次病毒收获液中加入终浓度为500μg/ml的甲醛，于适宜温度灭活一定时间。病毒灭活到期后，每个病毒灭活容器应立即取样，分别进行病毒灭活验证试验。

2.3.9　合并、离心、超滤浓缩

同一细胞批的单次病毒收获液经检定合格后可合并为单价病毒收获液。经离心去除细胞碎片后，进行适当倍数的超滤浓缩至规定的蛋白质含量范围。

2.3.10　纯化

采用柱色谱法或其他适宜的方法将浓缩后的单价病毒收获液进行纯化。

2.3.11　除菌过滤

纯化后的单价病毒收获液经除菌过滤后，即为单价病毒原液。

2.3.12　单价原液检定

按3.2项进行。

2.3.13　单价原液保存

于2～8℃保存不超过■90■[修订]天。

2.4　半成品

2.4.1　配制

将Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒单价原液分别按抗原含量为1∶128稀释后等量混合，且总蛋白质含量应不超过40μg/剂，加入适宜稳定剂、适量的硫柳汞防腐剂和氢氧化铝佐剂后，即为半成品。

2.4.2　半成品检定

按3.3项进行。

2.5　成品

2.5.1　分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2　分装

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。

2.5.3　规格

每瓶为1.0ml。每1次人用剂量为1.0ml。

2.5.4　包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3　检定

3.1　单次病毒收获液检定

3.1.1　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.1.2　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

3.1.3　病毒滴定

按2.2.3.2项进行病毒滴定。各型单次病毒收获液的病毒滴度应不低于6.5 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.4　病毒灭活验证试验

按灭活后的单次病毒收获液总量的0.1%抽取供试品。透析后接种地鼠肾细胞，连续盲传3代，每10～14天为1代，每代用免疫荧光法检查病毒抗原，结果均应为阴性。

3.1.5　抗原含量

采用酶联免疫法，应不低于1∶64。

3.2　单价原液检定

3.2.1　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.2.2　抗原含量

采用酶联免疫法，应不低于1∶512。

3.2.3　蛋白质含量

应不高于80μg/ml(附录Ⅵ B第二法)。

3.2.4　牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml(附录Ⅷ I)。

3.2.5　地鼠肾细胞蛋白质残留量

采用酶联免疫法，应不高于12μg/剂。

3.3　半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3.4　成品检定

3.4.1　鉴别试验

按2.2.3.6项进行，应符合规定。效价测定不合格时，鉴别试验不成立。

3.4.2　外观

应为微乳白色混悬液体，久置形成可摇散的沉淀，无异物。

3.4.3　装量

依法检查(附录Ⅰ A)，应不低于标示量。

3.4.4　化学检定

3.4.4.1　pH值

应为7.2～8.0(附录Ⅴ A)。

3.4.4.2　硫柳汞含量

应不高于70μg/ml(附录Ⅶ B)。

3.4.4.3　氢氧化铝含量

应不高于0.70mg/ml(附录Ⅶ F)。

3.4.4.4　游离甲醛含量

应不高于100μg/ml(附录Ⅵ L)。

3.4.5　效价测定

按2.2.3.6项进行。4只家兔的Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒的中和抗体滴度均应不低于1∶10。

3.4.6　热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验。于37℃放置7天，按2.2.3.6项进行效价测定，如合格，视为效价测定合格。

3.4.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法,应不高于 50ng/剂。

3.4.8 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4.9 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),应符合规定。

3.4.10 细菌内毒素检查

应小于 50EU/ml(附录Ⅻ E 凝胶限度试验)。

4 保存、运输及有效期

于 2~8℃避光保存和运输。自生产之日起,有效期为 18 个月。

5 使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

双价肾综合征出血热灭活疫苗(地鼠肾细胞)使用说明

【药品名称】

通用名称:双价肾综合征出血热灭活疫苗(地鼠肾细胞)

英文名称:Haemorrhagic Fever with Renal Syndrome Bivalent Vaccine(Hamster Kidney Cell),Inactivated

汉语拼音:Shuangjia Shenzonghezheng Chuxuere Miehuoyimiao (Dishushen Xibao)

【成分和性状】 本品系用Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒分别接种原代地鼠肾细胞,经培养、收获病毒液,病毒灭活、纯化,混合后加入氢氧化铝佐剂制成。为微乳白色混悬液体,含硫柳汞防腐剂。

有效成分:灭活的Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒。

辅料:应列出全部批准的辅料成分。

【接种对象】 肾综合征出血热疫区的居民及进入该地区的人员,主要对象为 16~60 岁的高危人群。

【作用与用途】 接种本疫苗后,可刺激机体产生抗Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒的免疫力。用于预防Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热。

【规格】 每瓶 1.0ml。每 1 次人用剂量为 1.0ml。

【免疫程序和剂量】 (1)于上臂外侧三角肌肌内注射。

(2)基础免疫为 2 针,于 0 天(第 1 天,当天)、14 天(第 15 天)各注射 1 剂疫苗;基础免疫后 1 年加强免疫 1 剂。

【不良反应】

常见不良反应:

(1)接种本疫苗后,注射部位可出现局部疼痛、发痒、局部轻微红肿。

(2)全身性反应可有轻度发热反应、不适、疲倦等,一般不需处理可自行缓解。

罕见不良反应:

(1)短暂中度以上发热:应采用物理方法或药物对症处理,以防高热惊厥或继发其他疾病。

(2)局部中度以上红肿,一般 3 天内即可自行消退,不需任何处理,适当休息即可恢复正常;反应较重的局部红肿可用干净的毛巾热敷,每天数次,每次一般 10~15 分钟可助红肿消退。

极罕见不良反应:

(1)过敏性皮疹:一般接种疫苗后 72 小时内出现荨麻疹,出现反应时,应及时就诊,给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克:一般注射疫苗后 1 小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)过敏性紫癜:出现过敏性紫癜反应时应及时就诊,应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗,治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)周围神经炎:应及时就诊。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含的任何成分,包括辅料、甲醛以及抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)患未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

(4)妊娠及哺乳期妇女。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用:家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者。

(2)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗瓶内有异物者均不得使用。

(3)疫苗瓶开启后应立即使用。

(4)注射免疫球蛋白者应至少间隔 1 个月以上接种本品,以免影响免疫效果。

(5)应备有肾上腺素等药物,以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少 30 分钟。

(6)严禁冻结。

【贮藏】 于 2~8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 18 个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称:

生产地址:

邮政编码:

电话号码:

传真号码:

网　　址:

双价肾综合征出血热灭活疫苗(沙鼠肾细胞)

Shuangjia Shenzonghezheng Chuxuere Miehuoyimiao (Shashushen Xibao)

Haemorrhagic Fever with Renal Syndrome Bivalent Vaccine(Gerbil Kidney Cell), Inactivated

本品系用Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热(简称出血热)病毒分别接种原代沙鼠肾细胞,经培养、收获病毒液,病毒灭活、纯化,混合后加入氢氧化铝佐剂制成。用于预防Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。

2　制造

2.1　生产用细胞

生产用细胞为原代沙鼠肾细胞。

2.1.1　细胞管理及检定

应符合"生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程"规定。

2.1.2　细胞制备

选用10～20日龄沙鼠,无菌取肾,剪碎,经胰蛋白酶消化,用培养液分散细胞,制成细胞悬液,分装培养瓶,置37℃培养成致密单层细胞。来源于同一批沙鼠、同一容器内消化制备的沙鼠肾细胞为一个细胞消化批;源自同一批沙鼠、于同一天制备的多个细胞消化批为一个细胞批。

2.2　毒种

2.2.1　名称及来源

生产用毒株为Ⅰ型出血热病毒 Z_{10} 株和Ⅱ型出血热病毒 Z_{37} 株,或经批准的其他适应沙鼠肾细胞的Ⅰ型和Ⅱ型出血热毒株。

2.2.2　种子批的建立

应符合"生物制品生产检定用菌毒种管理规程"规定。

Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒分别接种乳鼠脑制备原始种子批和主种子批,主种子批毒种接种原代沙鼠肾细胞制备工作种子批。Ⅰ型出血热毒种 Z_{10} 株原始种子批应不超过第12代;主种子批应不超过第13代;工作种子批应不超过第14代;Ⅱ型出血热毒种 Z_{37} 株原始种子批应不超过第10代,主种子批应不超过第11代;工作种子批应不超过第12代。

2.2.3　种子批毒种的检定

主种子批应进行以下全面检定,工作种子批应至少进行2.2.3.1～2.2.3.4项检定。

2.2.3.1　鉴别试验

将各型毒种做10倍系列稀释,每个稀释度分别与已知的相应型别的出血热病毒免疫血清参考品和阴性兔血清等量混合,置37℃水浴90分钟,接种于单层Vero-E_6 细胞,于34.5℃±1℃培养,观察10～14天。以免疫荧光法测定,中和指数应大于1000。同时设病毒阳性对照、细胞阴性对照。

2.2.3.2　病毒滴定

将各型毒种做10倍系列稀释,取适宜稀释度接种Vero-E_6 细胞,于34.5℃±1℃培养10～12天,以免疫荧光法测定,病毒滴度应不低于6.0 lg $CCID_{50}$/ml。

2.2.3.3　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

2.2.3.4　支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

2.2.3.5　病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.2.3.6　免疫原性检查

取主种子批毒种制备双价原疫苗,接种体重为2kg左右的白色家兔4只(家兔出血热病毒抗体应为阴性),免疫2次,间隔7天,每只后肢肌内注射1.0ml。第1次免疫后4周采血分离血清,用蚀斑减少中和试验测中和抗体,中和用病毒为出血热病毒76-118株和UR株;同时用参考血清作对照(参考血清应符合规定),4只家兔的Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒中和抗体滴度均应不低于1∶10。

2.2.4　毒种保存

冻干毒种应于-20℃以下保存;液体种子批毒种应于-60℃以下保存。

2.3　单价原液

2.3.1　细胞制备

按2.1.2项进行。

2.3.2　培养液

培养液为加入适量灭能新生牛血清的MEM液或其他适宜培养液。新生牛血清的质量应符合要求(附录Ⅻ D)。

2.3.3　对照细胞病毒外源因子检查

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

2.3.4　病毒接种和培养

当细胞培养成致密单层后,将出血热病毒Ⅰ型和Ⅱ型毒种按0.02～0.2MOI分别接种细胞(每个型别的同一工作种子批毒种应按同一MOI接种),置适宜的温度下培养一定时间后,弃去培养液,用灭菌PBS或其他适宜洗液冲洗去除牛血清,加入适量的维持液,置33～35℃继续培养适当的时间。

2.3.5　病毒收获

培养适宜天数,收获病毒液。根据细胞生长情况,可换以维持液继续培养,进行多次病毒收获。同一细胞批的同一次病毒收获液经检定合格后可合并为单次病毒收获液。

2.3.6　单次病毒收获液检定

按3.1项进行。

2.3.7 单次病毒收获液保存

于2～8℃保存不超过30天。

2.3.8 病毒灭活

应在规定的蛋白质含量范围内进行病毒灭活。单次病毒收获液中按1∶4000的比例加入β-丙内酯,置2～8℃灭活适宜的时间后,于适宜的温度放置一定时间,以确保β-丙内酯完全水解。病毒灭活到期后,每个病毒灭活容器应立即取样,分别进行病毒灭活验证试验。

2.3.9 合并、离心、超滤浓缩

同一细胞批的单次病毒收获液经检定合格后可合并为单价病毒收获液。经离心去除细胞碎片后,再进行适当倍数的超滤浓缩至规定的蛋白质含量范围。

2.3.10 纯化

采用柱色谱法或其他适宜的方法将浓缩后的单价病毒收获液进行纯化。

2.3.11 除菌过滤

纯化后的单价病毒收获液经除菌过滤后,即为单价病毒原液。

2.3.12 单价原液检定

按3.2项进行。

2.3.13 单价原液保存

于2～8℃保存不超过■90■[修订]天。

2.4 半成品制备

2.4.1 配制

将Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒单价原液分别按抗原含量为1∶128稀释后等量混合,且总蛋白质含量应不超过40μg/剂,加入适宜稳定剂、适量的硫柳汞防腐剂和氢氧化铝佐剂后,即为半成品。

2.4.2 半成品检定

按3.3项进行。

2.5 成品

2.5.1 分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.5.2 分装

应符合"生物制品分装和冻干规程"规定。

2.5.3 规格

每瓶为1.0ml。每1次人用剂量为1.0ml。

2.5.4 包装

应符合"生物制品包装规程"规定。

3 检定

3.1 单次病毒收获液检定

3.1.1 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.1.2 支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

3.1.3 病毒滴定

按2.2.3.2项进行病毒滴定。各型单次病毒收获液的病毒滴度应不低于6.0 lg $CCID_{50}$/ml。

3.1.4 病毒灭活验证试验

按灭活后的单次病毒收获液总量的0.1%抽取供试品,透析后接种Vero-E_6细胞,连续盲传3代,每10～14天为1代,每代以免疫荧光法检查病毒,结果均应为阴性。

3.1.5 抗原含量

采用酶联免疫法,应不低于1∶64。

3.2 单价病毒原液检定

3.2.1 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.2.2 抗原含量

采用酶联免疫法,应不低于1∶512。

3.2.3 蛋白质含量

应不高于80μg/ml(附录Ⅵ B第二法)。

3.2.4 牛血清白蛋白残留量

应不高于50ng/ml(附录Ⅷ I)。

3.3 半成品检定

无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4 成品检定

3.4.1 鉴别试验

按2.2.3.6项进行,应符合规定。效价测定不合格时,鉴别试验不成立。

3.4.2 外观

应为微乳白色混悬液体,久置形成可摇散的沉淀,无异物。

3.4.3 装量

依法检查(附录Ⅰ A),应不低于标示量。

3.4.4 化学检定

3.4.4.1 pH值

应为7.2～8.0(附录Ⅴ A)。

3.4.4.2 硫柳汞含量

应不高于70μg/ml(附录Ⅶ B)。

3.4.4.3 氢氧化铝含量

应不高于0.70mg/ml(附录Ⅶ F)。

3.4.5 效价测定

按2.2.3.6项进行。4只家兔的Ⅰ型和Ⅱ型出血热病毒的中和抗体滴度均应不低于1∶10。

3.4.6 热稳定性试验

疫苗出厂前应进行热稳定性试验。于37℃放置7天,按2.2.3.6项进行效价测定,如合格,视为效价测定合格。

3.4.7 抗生素残留量

生产过程中加入抗生素的应进行该项检查。采用酶联免疫法,应不高于50ng/剂。

3.4.8 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.4.9 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),应符合规定。

3.4.10　细菌内毒素检查

应小于50EU/ml(附录Ⅻ E凝胶限度试验)。

4　保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起,有效期为24个月。

5　使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

双价肾综合征出血热灭活疫苗(沙鼠肾细胞)使用说明

【药品名称】

通用名称:双价肾综合征出血热灭活疫苗(沙鼠肾细胞)

英文名称:Haemorrhagic Fever with Renal Syndrome Bivalent Vaccine(Gerbil Kidney Cell),Inactivated

汉语拼音:Shuangjia Shenzonghezheng Chuxuere Miehuoyimiao(Shashushen Xibao)

【成分和性状】 本品系用Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒分别接种原代沙鼠肾细胞,经培养、收获病毒液,病毒灭活、纯化,混合后加入氢氧化铝佐剂制成。为微乳白色混悬液体,含硫柳汞防腐剂。

主要成分:灭活的Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒。

辅料:应列出全部批准的辅料成分。

【接种对象】 肾综合征出血热疫区的居民及进入该地区的人员,主要对象为16～60岁的高危人群。

【作用与用途】 接种本疫苗后,可刺激机体产生抗Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热病毒的免疫力。用于预防Ⅰ型和Ⅱ型肾综合征出血热。

【规格】 每瓶1.0ml。每1次人用剂量为1.0ml。

【免疫程序和剂量】 (1)于上臂外侧三角肌肌内注射。

(2)基础免疫为2针,于0天(第1天,当天)、14天(第15天)各注射1次;基础免疫后1年加强免疫1针,每次1.0ml。

【不良反应】

常见不良反应:

(1)接种本疫苗后,注射部位可出现局部疼痛、发痒、局部轻微红肿。

(2)全身性反应可有轻度发热反应、不适、疲倦等,一般不需处理可自行消退。

罕见不良反应:

(1)短暂中度以上发热:应采用物理方法或药物对症处理,以防高热惊厥或继发其他疾病。

(2)局部中度以上红肿,一般3天内即可自行消退,不需任何处理,适当休息即可恢复正常;反应较重的局部红肿可用干净的毛巾热敷,每天数次,每次一般10～15分钟可助红肿消退。

极罕见不良反应:

(1)过敏性皮疹:一般接种疫苗后72小时内出现荨麻疹,出现反应时,应及时就诊,给予抗过敏治疗。

(2)过敏性休克:一般注射疫苗后1小时内发生。应及时注射肾上腺素等抢救措施进行治疗。

(3)过敏性紫癜:出现过敏性紫癜反应时应及时就诊,应用皮质固醇类药物给予抗过敏治疗,治疗不当或不及时有可能并发紫癜性肾炎。

(4)周围神经炎:应及时就诊。

【禁忌】 (1)已知对该疫苗所含的任何成分,包括辅料和抗生素过敏者。

(2)患急性疾病、严重慢性疾病、慢性疾病的急性发作期和发热者。

(3)患未控制的癫痫和其他进行性神经系统疾病者。

(4)妊娠及哺乳期妇女。

【注意事项】 (1)以下情况者慎用:家族和个人有惊厥史者、患慢性疾病者、有癫痫史者、过敏体质者。

(2)疫苗瓶有裂纹、标签不清或失效者、疫苗瓶内有异物者均不得使用。

(3)疫苗瓶开启后应立即使用。

(4)注射免疫球蛋白者应至少间隔1个月以上接种本品,以免影响免疫效果。

(5)应备有肾上腺素等药物,以备偶有发生严重过敏反应时急救用。接受注射者在注射后应在现场观察至少30分钟。

(6)严禁冻结。

【贮藏】 于2～8℃避光保存和运输。

【包装】 按批准的执行。

【有效期】 24个月。

【执行标准】

【批准文号】

【生产企业】

企业名称:

生产地址:

邮政编码:

电话号码:

传真号码:

网　　址:

重组人干扰素α2b凝胶

Chongzu Ren Ganraosu α2b Ningjiao

Recombinant Human Interferon α2b Gel

本品系由高效表达人干扰素α2b基因的大肠杆菌,经发酵、分离和高度纯化后获得的重组人干扰素α2b,加入凝胶基质制成。含适宜稳定剂、防腐剂,不含抗生素。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符

合“凡例”的有关要求。

2 制造

2.1 工程菌菌种

2.1.1 名称及来源

重组人干扰素 α2b 工程菌株系由带有人干扰素 α2b 基因的重组质粒转化的大肠杆菌菌株。

2.1.2 种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”的规定。

2.1.3 菌种检定

主种子批和工作种子批的菌种应进行以下各项全面检定。

2.1.3.1 划种 LB 琼脂平板

应呈典型大肠杆菌集落形态，无其他杂菌生长。

2.1.3.2 染色镜检

应为典型的革兰氏阴性杆菌。

2.1.3.3 对抗生素的抗性

应与原始菌种相符。

2.1.3.4 电镜检查(工作种子批可免做)

应为典型大肠杆菌形态，无支原体、病毒样颗粒及其他微生物污染。

2.1.3.5 生化反应

应符合大肠杆菌生化反应特性。

2.1.3.6 干扰素表达量

在摇床中培养，应不低于原始菌种的表达量。

2.1.3.7 表达的干扰素型别

应用抗 α2b 型干扰素血清做中和试验，证明型别无误。

2.1.3.8 质粒检查

该质粒的酶切图谱应与原始重组质粒的相符。

2.1.3.9 目的基因核苷酸序列检查(工作种子批可免做)

目的基因核苷酸序列应与批准的序列相符。

2.2 原液

2.2.1 种子液制备

将检定合格的工作种子批菌种接种于适宜的培养基(可含适量抗生素)中培养。

2.2.2 发酵用培养基

采用适宜的不含抗生素的培养基。

2.2.3 种子液接种及发酵培养

2.2.3.1 在灭菌培养基中接种适量种子液。

2.2.3.2 在适宜的温度下进行发酵，应采用经批准的发酵工艺，并确定相应的发酵条件，如温度、pH 值、溶解氧、补料、发酵时间等。发酵液应定期进行质粒丢失率检查(附录Ⅸ G)。

2.2.4 发酵液处理

用适宜的方法收集、处理菌体。

2.2.5 初步纯化

采用经批准的纯化工艺进行初步纯化，使其纯度达到规定的要求。

2.2.6 高度纯化

经初步纯化后，采用经批准的纯化工艺进行高度纯化，使其达到 3.1 项要求，即为重组人干扰素 α2b 原液。加入适宜稳定剂，除菌过滤后于适宜温度下保存，并规定其有效期。

2.2.7 原液检定

按 3.1 项进行。

2.3 半成品

采用的基质应符合凝胶剂基质要求(附录Ⅰ M)。

2.3.1 配制

按经批准的配方进行配制。

2.3.2 凝胶制备

按经批准的工艺进行。凝胶剂应均匀、细腻，在常温时保持胶状，不干涸或液化。

2.3.3 半成品检定

按 3.2 项进行。

2.4 成品

2.4.1 分批

应符合“生物制品分批规程”规定。

2.4.2 分装

应符合“生物制品分装和冻干规程”及附录Ⅰ M 有关规定。

2.4.3 规格

应为经批准的规格。

2.4.4 包装

应符合“生物制品包装规程”及附录Ⅰ M 有关规定。

3 检定

3.1 原液检定

3.1.1 生物学活性

依法测定(附录Ⅹ C)。

3.1.2 蛋白质含量

依法测定(附录Ⅵ B 第二法)。

3.1.3 比活性

为生物学活性与蛋白质含量之比，每 1mg 蛋白质应不低于 1.0×10^8 IU。

3.1.4 纯度

3.1.4.1 电泳法

依法测定(附录Ⅳ C)。用非还原型 SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法，分离胶胶浓度为 15%，加样量应不低于 10μg(考马斯亮蓝 R250 染色法)或 5μg(银染法)。经扫描仪扫描，纯度应不低于 95.0%。

3.1.4.2 高效液相色谱法

依法测定(附录Ⅲ B)。色谱柱以适合分离分子质量为 5～60kD 蛋白质的色谱用凝胶为填充剂；流动相为 0.1mol/L 磷酸盐-0.1mol/L 氯化钠缓冲液，pH7.0；上样量应不低于 20μg，在波长 280nm 处检测，以干扰素色谱峰计算的理论板

数应不低于1000。按面积归一化法计算，干扰素主峰面积应不低于总面积的95.0%。

3.1.5　分子量

依法测定（附录Ⅳ C）。用还原型SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法，分离胶胶浓度为15%，加样量应不低于1.0μg，制品的分子质量应为19.2kD±1.9kD。

3.1.6　外源性DNA残留量

每1次人用剂量应不高于10ng（附录Ⅸ B）。

3.1.7　宿主菌蛋白质残留量

应不高于蛋白质总量的0.10%（附录Ⅸ C）。

3.1.8　残余抗生素活性

依法测定（附录Ⅸ A），不应有残余氨苄西林或其他抗生素活性。

3.1.9　等电点

主区带应为4.0～6.7，且供试品的等电点图谱应与对照品的一致（附录Ⅳ D）。

3.1.10　紫外光谱

用水或生理氯化钠溶液将供试品稀释至约100～500μg/ml，在光路1cm、波长230～360nm下进行扫描，最大吸收峰波长应为278nm±3nm（附录Ⅱ A）。

3.1.11　肽图

依法测定（附录Ⅷ E），应与对照品图形一致。

3.1.12　N端氨基酸序列（至少每年测定1次）

用氨基酸序列分析仪测定，N端序列应为：

(Met)-Cys-Asp-Leu-Pro-Gln-Thr-His-Ser-Leu-Gly-Ser-Arg-Arg-Thr-Leu。

■3.2　半成品检定

3.2.1　生物学活性

应按经批准的方法预处理供试品，依法测定（附录Ⅹ C），应符合规定。

3.2.2　无菌检查

应按经批准的方法预处理供试品，依法检查（附录Ⅻ A），应符合规定。■[删除]

3.2　成品检定

除外观、装量检查外，应按经批准的方法预处理供试品后，进行其余各项检定。

3.2.1　鉴别试验

按免疫印迹法（附录Ⅷ A）或免疫斑点法（附录Ⅷ B）测定，应为阳性。

3.2.2　物理检查

3.2.2.1　外观

应为透明水凝胶剂。

3.2.2.2　装量

依法检查（附录Ⅰ M），应符合规定。

3.2.3　化学检定

pH值

应为5.0～7.5（附录Ⅴ A）。

3.2.4　生物学活性

应为标示量的80%～150%（附录Ⅹ C）。

3.2.5　微生物限度检查

依法检查（附录Ⅻ G），应符合规定。

4　保存、运输及有效期

于0～20℃避光保存和运输。自生产之日起，按批准的有效期执行。

5　使用说明

应符合“生物制品包装规程”规定和批准的内容。

重组人粒细胞刺激因子注射液

Chongzu Ren Lixibao Cijiyinzi Zhusheye

Recombinant Human Granulocyte Colony-stimulating Factor Injection

本品系由高效表达人粒细胞集落刺激因子（简称人粒细胞刺激因子）基因的大肠杆菌，经发酵、分离和高度纯化后获得的重组人粒细胞刺激因子制成。含适宜稳定剂，不含防腐剂和抗生素。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合“凡例”的有关要求。

2　制造

2.1　工程菌菌种

2.1.1　名称及来源

重组人粒细胞刺激因子工程菌株系由带有人粒细胞刺激因子基因的重组质粒转化的大肠杆菌菌株。

2.1.2　种子批的建立

应符合“生物制品生产检定用菌毒种管理规程”的规定。

2.1.3　菌种检定

主种子批和工作种子批的菌种应进行以下各项全面检定。

2.1.3.1　划种LB琼脂平板

应呈典型大肠杆菌集落形态，无其他杂菌生长。

2.1.3.2　染色镜检

应为典型的革兰氏阴性杆菌。

2.1.3.3　对抗生素的抗性

应与原始菌种相符。

2.1.3.4　电镜检查（工作种子批可免做）

应为典型大肠杆菌形态，无支原体、病毒样颗粒及其他微生物污染。

2.1.3.5　生化反应

应符合大肠杆菌生化反应特性。

2.1.3.6　重组人粒细胞刺激因子表达量

在摇床中培养，应不低于原始菌种的表达量。

2.1.3.7 质粒检查

该质粒的酶切图谱应与原始重组质粒的相符。

2.1.3.8 目的基因核苷酸序列检查(工作种子批可免做)

目的基因核苷酸序列应与批准的序列相符。

2.2 原液

2.2.1 种子液制备

将检定合格的工作种子批菌种接种于适宜的培养基(可含适量抗生素)中培养。

2.2.2 发酵用培养基

采用适宜的不含抗生素的培养基。

2.2.3 种子液接种及发酵培养

2.2.3.1 在灭菌培养基中接种适量种子液。

2.2.3.2 在适宜的温度下进行发酵,应根据经批准的发酵工艺进行,并确定相应的发酵条件,如温度、pH 值、溶解氧、补料、发酵时间等。发酵液应定期进行质粒丢失率检查(附录Ⅸ G)。

2.2.4 发酵液处理

用适宜的方法收集、处理菌体。

2.2.5 初步纯化

采用经批准的纯化工艺进行初步纯化,使其纯度达到规定的要求。

2.2.6 高度纯化

经初步纯化后,采用经批准的纯化工艺进行高度纯化,使其达到 3.1 项要求,即为重组人粒细胞刺激因子原液。加入适宜稳定剂,除菌过滤后于适宜温度下保存,并规定其有效期。

2.2.7 原液检定

按 3.1 项进行。

2.3 半成品

2.3.1 配制与除菌

2.3.1.1 稀释液配制

按经批准的配方配制稀释液。配制后应立即用于稀释。

2.3.1.2 稀释与除菌

将检定合格的重组人粒细胞刺激因子原液用 2.3.1.1 项稀释液稀释至所需浓度。除菌过滤后即为半成品,保存于 2～8℃。

2.3.2 半成品检定

按 3.2 项进行。

2.4 成品

2.4.1 分批

应符合“生物制品分批规程”规定。

2.4.2 分装

应符合“生物制品分装和冻干规程”及附录Ⅰ A 有关规定。

2.4.3 规格

应为经批准的规格。

2.4.4 包装

应符合“生物制品包装规程”及附录Ⅰ A有关规定。

3 检定

3.1 原液检定

3.1.1 生物学活性

依法测定(附录Ⅹ E)。

3.1.2 蛋白质含量

依法测定(附录Ⅵ B第二法)。

3.1.3 比活性

为生物学活性与蛋白质含量之比,每 1mg 蛋白质应不低于 6.0×10^7 IU。

3.1.4 纯度

3.1.4.1 电泳法

依法测定(附录Ⅳ C)。用非还原型 SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法,分离胶胶浓度为 15%,加样量应不低于 10μg(考马斯亮蓝 R250 染色法)或 5μg(银染法)。经扫描仪扫描,纯度应不低于 95.0%。

3.1.4.2 高效液相色谱法

依法测定(附录Ⅲ B)。色谱柱采用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以 A 相(三氟乙酸-水溶液:量取 1.0ml 三氟乙酸加水至 1000ml,充分混匀)、B 相(三氟乙酸-乙腈溶液:量取 1.0ml 三氟乙酸加入色谱纯乙腈至 1000ml,充分混匀)为流动相,在室温条件下,进行梯度洗脱(0～70%B 相)。上样量应不低于 10μg,在波长 214nm 处检测,以粒细胞刺激因子色谱峰计算的理论板数应不低于 1500。按面积归一化法计算,重组人粒细胞刺激因子主峰面积应不低于总面积的 95.0%。

3.1.5 分子量

依法测定(附录Ⅳ C)。用还原型 SDS-聚丙烯酰胺凝胶电泳法,分离胶胶浓度为 15%,加样量应不低于 1.0μg,制品的分子质量应为 18.8kD±1.9kD。

3.1.6 外源性 DNA 残留量

每 1 次人用剂量应不高于 10ng(附录Ⅸ B)。

3.1.7 宿主菌蛋白质残留量

应不高于蛋白质总量的 0.10%(附录Ⅸ C)。

3.1.8 残余抗生素活性

依法测定(附录Ⅸ A)。不应有残余氨苄西林或其他抗生素活性。

3.1.9 细菌内毒素检查

每 300μg 蛋白质应小于 10EU(附录Ⅻ E 凝胶限度试验)。

3.1.10 等电点

主区带应为 5.8～6.6,且供试品的等电点图谱应与对照品的一致(附录Ⅳ D)。

3.1.11 紫外光谱

用水或生理氯化钠溶液将供试品稀释至约 100～500μg/ml,在光路 1cm、波长 230～360nm 下进行扫描,最大吸收峰波长应为 278nm±3nm(附录Ⅱ A)。

3.1.12　肽图

依法测定(附录Ⅷ E),应与对照品图形一致。

3.1.13　N端氨基酸序列(至少每年测定1次)

用氨基酸序列分析仪测定,N端序列应为:

(Met)-Thr-Pro-Leu-Gly-Pro-Ala-Ser-Ser-Leu-Pro-Gln-Ser-Phe-Leu-Leu。

3.2　半成品检定

3.2.1　细菌内毒素检查

每300μg蛋白质应小于10EU(附录Ⅻ E凝胶限度试验)。

3.2.2　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.3　成品检定

3.3.1　鉴别试验

按免疫印迹法(附录Ⅷ A)或免疫斑点法(附录Ⅷ B)测定,应为阳性。

3.3.2　物理检查

3.3.2.1　外观

应为澄明液体。

3.3.2.2　可见异物

依法检查(附录Ⅴ B),应符合规定。

3.3.2.3　装量

依法检查(附录Ⅰ A),应不低于标示量。

3.3.3　化学检定

3.3.3.1　pH值

应为3.5～4.5(附录Ⅴ A)。

3.3.3.2　渗透压摩尔浓度

依法测定(附录Ⅴ H),应符合批准的要求。

■3.3.3.3　重组人粒细胞集落刺激因子含量

依法测定(附录Ⅵ U),应为标示量的90%～130%。■[增订]

3.3.4　生物学活性

应为标示量的80%～150%(附录Ⅹ E)。

3.3.5　残余抗生素活性

依法测定(附录Ⅸ A)。不应有残余氨苄西林或其他抗生素活性。

3.3.6　无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.3.7　细菌内毒素检查

每1支应小于10EU(附录Ⅻ E凝胶限度试验)。

3.3.8　异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F小鼠试验法),应符合规定。

4　保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起,按批准的有效期执行。

5　使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

人凝血酶原复合物

Ren Ningxuemeiyuan Fuhewu

Human Prothrombin Complex

本品系由健康人血浆,经低温乙醇蛋白分离法或经批准的其他分离法分离纯化,并经病毒去除和灭活处理、冻干制成。含适宜稳定剂,不含防腐剂和抗生素。

1　基本要求

生产和检定用设施、原材料及辅料、水、器具、动物等应符合"凡例"的有关要求。生产过程中不得加入防腐剂或抗生素。

2　制造

2.1　原料血浆

2.1.1　血浆的采集和质量应符合"血液制品生产用人血浆"的规定。

2.1.2　血浆应无凝块,无纤维蛋白析出,非脂血,无溶血。

2.1.3　血浆,去除冷沉淀、凝血因子Ⅷ的血浆及组分Ⅲ沉淀均可用于生产。

2.1.4　组分Ⅲ沉淀应冻存于-20℃以下,保存时间不得超过6个月。

2.2　原液

2.2.1　可采用凝胶吸附法或低温乙醇和聚乙二醇分离蛋白并经凝胶吸附法制备,亦可采用经批准的其他方法制备。

2.2.2　经纯化、超滤、除菌过滤后即为人凝血酶原复合物原液。

2.2.3　原液检定

按3.1项进行。

2.3　半成品

2.3.1　配制

按成品规格配制,可加适宜稳定剂。如加肝素,则每1IU人凝血因子Ⅸ的肝素不超过0.5IU。

2.3.2　半成品检定

按3.2项进行。

2.4　成品

2.4.1　分批

应符合"生物制品分批规程"规定。

2.4.2　分装及冻干

应符合"生物制品分装和冻干规程"及附录Ⅰ A有关规定。分装后应立即冻结。冻干过程制品温度不得超过35℃真空封口。

2.4.3　规格

应为经批准的规格。

2.4.4　包装

应符合"生物制品包装规程"及附录Ⅰ A有关规定。

2.5 病毒去除和灭活

生产过程中应采用经批准的方法去除和灭活脂包膜和非脂包膜病毒。如用灭活剂(如有机溶剂、去污剂)灭活病毒,则应规定对人安全的灭活剂残留量限值。

3 检定

3.1 原液检定

3.1.1 pH值

应为6.5～7.5(附录Ⅴ A)。

3.1.2 人凝血因子Ⅸ效价

应不低于10IU/ml(附录Ⅹ L)。

3.1.3 蛋白质含量

依法测定(附录Ⅵ B第一法)。

3.1.4 人凝血因子Ⅸ比活性

应不低于■0.5■[修订]IU/mg蛋白质。

以上检定项目亦可在半成品检定时进行。

3.2 半成品检定

3.2.1 热原检查

依法检查(附录Ⅻ D),注射剂量按家兔体重每1kg注射人凝血因子Ⅸ30IU,应符合规定。

3.2.2 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.3 成品检定

除真空度、复溶时间、水分测定、装量差异检查外,应按标示量加入灭菌注射用水,复溶后进行其余各项检定。

3.3.1 鉴别试验

依法检查(附录Ⅷ C),仅与抗人血清或血浆产生沉淀线,与抗马、抗牛、抗猪、抗羊血清或血浆不产生沉淀线。

3.3.2 物理检查

3.3.2.1 外观

应为白色或灰绿色疏松体,复溶后应为无色、淡黄色、淡蓝色或黄绿色澄明液体,可带轻微乳光。

3.3.2.2 真空度

用高频火花真空测定器检测,瓶内应出现蓝紫色辉光。

3.3.2.3 复溶时间

将供试品平衡至20～30℃,按标示量加入20～30℃灭菌注射用水,轻轻摇动,应于15分钟内完全溶解。

3.3.2.4 可见异物

依法检查(附录Ⅴ B),应符合规定。

3.3.2.5 装量差异

依法检查(附录Ⅰ A),应符合规定。

3.3.3 化学检定

3.3.3.1 水分

应不高于3.0%(附录Ⅶ D)。

3.3.3.2 pH值

应为6.5～7.5(附录Ⅴ A)。

3.3.3.3 钠离子含量

应不高于160mmol/L(附录Ⅶ J)。

3.3.3.4 枸橼酸离子含量

应不高于25mmol/L(附录Ⅶ H)。

3.3.3.5 聚乙二醇残留量

如采用聚乙二醇分离制备,其残留量应不高于0.5g/L(附录Ⅵ G)。

3.3.4 效价

3.3.4.1 人凝血因子Ⅸ

依法测定(附录Ⅹ L)。根据每1ml人凝血因子Ⅸ效价及标示装量计算每瓶人凝血因子Ⅸ效价,应为标示量的80%～140%。根据蛋白质含量(附录Ⅵ B第一法)和每1ml人凝血因子Ⅸ效价,计算比活性,每1mg蛋白质应不低于■0.5■[修订]IU。

3.3.4.2 人凝血因子Ⅱ

依法测定(附录Ⅹ J)。根据每1ml人凝血因子Ⅱ效价及标示装量计算每瓶人凝血因子Ⅱ效价,应不低于标示量的80%。

3.3.4.3 人凝血因子Ⅶ

依法测定(附录Ⅹ K)。根据每1ml人凝血因子Ⅶ效价及标示装量计算每瓶人凝血因子Ⅶ效价,应不低于标示量的80%。

3.3.4.4 人凝血因子Ⅹ

依法测定(附录Ⅹ M)。根据每1ml人凝血因子Ⅹ效价及标示装量计算每瓶人凝血因子Ⅹ效价,应不低于标示量的80%。

3.3.5 人凝血酶活性检查

依法检查(附录Ⅸ N),应符合规定。

3.3.6 肝素含量

每1IU人凝血因子Ⅸ的肝素含量应不高于0.5IU(附录Ⅸ P)。

3.3.7 活化的凝血因子活性检查

依法检查(附录Ⅸ O),应符合规定。

3.3.8 HBsAg

用经批准的试剂盒检测,应为阴性。

3.3.9 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3.3.10 异常毒性检查

依法检查(附录Ⅻ F),豚鼠注射剂量为每只5ml(含人凝血因子Ⅸ 10IU/ml),小鼠注射剂量为每只0.5ml(含人凝血因子Ⅸ 10IU/ml),应符合规定。

3.3.11 热原检查

依法检查(附录Ⅻ D),注射剂量按家兔体重每1kg注射人凝血因子Ⅸ 30IU,应符合规定。

3.3.12 根据病毒灭活方法,应增加相应的检定项目。如采用磷酸三丁酯和聚山梨酯80灭活病毒,则应检测磷酸三丁酯和聚山梨酯80残留量。

3.3.12.1 磷酸三丁酯残留量

应不高于10μg/ml(附录Ⅵ J)。

3.3.12.2 聚山梨酯80残留量

应不高于100μg/ml(附录Ⅵ H)。

3.4 稀释剂检定

稀释剂为灭菌注射用水,应符合本版药典(二部)的相关规定。

4 保存、运输及有效期

于2～8℃避光保存和运输。自生产之日起,按批准的有效期执行。

5 使用说明

应符合"生物制品包装规程"规定和批准的内容。

修订通则和附录

生物制品生产检定用动物细胞基质制备及检定规程

本规程适用于人用生物制品生产/检定用动物细胞基质，包括具有细胞库体系的细胞基质及原代细胞。细胞基质系指可用于生物制品生产/检定的所有动物或人源的连续传代细胞系、人二倍体细胞株及原代细胞。

生产非重组制品所用的细胞基质，系指来源于未经修饰的用于制备其主细胞库的细胞系/株和原代细胞。生产重组制品的细胞基质，系指含所需序列的、从单个前体细胞克隆的转染细胞。生产杂交瘤制品的细胞基质，系指通过亲本骨髓瘤细胞系与另一亲本细胞融合的杂交瘤细胞系。

一、对生产用细胞库细胞基质总的要求

用于生物制品生产的细胞系/株均须通过全面检定，须具有如下相应资料，并经国务院药品监督管理部门批准。

（一）细胞系/株历史资料

1. 细胞系/株来源资料

应具有细胞系/株来源的相关资料，如细胞系/株制备机构的名称，细胞系/株来源的种属、年龄、性别和健康状况的资料。这些资料最好从细胞来源实验室获得，也可引用正式发表文献。

人源细胞系/株须具有细胞系/株的组织或器官来源、种族及地域来源、年龄、性别及生理状况的相关资料。

动物来源的细胞系/株须具有动物种属、种系、饲养条件、组织或器官来源、地域来源、年龄、性别、病原体检测结果及供体的一般生理状况的相关资料。

如采用已建株的细胞系/株，应从具有一定资质的细胞保藏中心获取细胞，且应提供该细胞在保藏中心的详细传代过程，包括培养过程中所使用的原材料的相关信息，以及细胞来源的证明资料。

2. 细胞系/株培养历史的资料

应具有细胞分离方法、细胞体外培养过程及建立细胞系/株过程的相关资料，包括所使用的物理、化学或生物学手段，是否有外源添加序列，以及细胞生长特征、培养液成分、选择细胞所进行的任何遗传操作或选择方法等。同时还应具有细胞鉴别、检定、内源及外源因子检查结果的相关资料。

应提供细胞培养液的详细成分，如使用人或动物源成分，如血清、胰蛋白酶、乳蛋白水解物或其他生物学活性的物质，应具有这些成分的来源、制备方法、质量控制、检测结果和质量保证的相关资料。

（二）细胞库的建立

细胞库的建立可为生物制品的生产提供已标定好的、细胞质量相同的及能持续稳定传代的细胞种子。

1. 原材料的选择

建立细胞库的各种类型细胞的供体均应符合本规程“一、（三）细胞检定”中相关规定。神经系统来源的细胞不得用于生物制品生产。

细胞培养液中不得含有人血清。

消化细胞用胰蛋白酶应进行检测，证明其无细菌、真菌、支原体或病毒污染。特别应检测胰蛋白酶来源的动物可能携带的病毒，如猪细小病毒等。

用于生物制品细胞制备过程中不得使用青霉素或β-内酰胺类抗生素。配制各种溶液的化学药品应符合本版药典（二部）或其他相关国家标准的要求。

2. 细胞制备的操作要求

细胞制备的操作应符合中国《药品生产质量管理规范》的要求。生产人员应定期检查身体。在生产区内不得进行非生产用细胞或微生物的操作；在同一工作日进行细胞操作前，不得操作或接触有感染性的微生物或动物。

3. 建立细胞库

细胞库为三级管理，即原始细胞库、主细胞库及工作细胞库。如为引进的细胞，可采用主细胞库和工作细胞库组成的二级细胞库管理。在某些特殊情况下，也可使用主细胞库一级细胞库，但须得到国务院药品监督管理部门的批准。

（1）原始细胞库（PCB）

由一个原始细胞群体发展成传代稳定的细胞群体，或经过克隆培养而形成的均一细胞群体，通过检定证明适用于生物制品生产或检定。在特定条件下，将一定数量、成分均一的细胞悬液，定量均匀分装于安瓿，于液氮或－130℃以下冻存，即为原始细胞库，供建立主细胞库用。

（2）主细胞库（MCB）

取原始细胞库细胞，通过一定方式进行传代、增殖后均匀混合成一批，定量分装，保存于液氮或－130℃以下，经全面检定合格后，即为主细胞库，用于工作细胞的制备。生产企业的主细胞库最多不得超过2个细胞代次。

（3）工作细胞库（WCB）

工作细胞库的细胞由MCB细胞传代扩增制成。由MCB的细胞经传代增殖，达到一定代次水平的细胞，合并后制成一批均质细胞悬液，定量分装于安瓿或适宜的细胞冻存管，保存于液氮或－130℃以下备用，即为工作细胞库。生产企业的工作细胞库必须限定为一个细胞代次。冻存时细胞的传代水平须确保细胞复苏后传代增殖的细胞数量能满足生产一批制品。复苏后细胞的传代水平应不超过批准用于生产的最高限定代次。

4. 细胞库的管理

每种细胞库均应分别建立台账，记录放置位置、容器编号、分装及冻存数量，取用记录等。细胞库中的每支细胞均应

注明细胞系/株名、代次、批号、编号、冻存日期，贮存容器的编号等。

冻存前的活细胞应不低于90%，复苏后细胞存活率应不低于85%。冻存后的细胞，应至少做一次复苏培养并连续传代至衰老期，检查不同传代水平的细胞生长情况。

主细胞库和工作细胞库应分别存放。非生产用细胞应与生产用细胞严格分开存放。

(三)细胞检定

细胞检定主要包括以下几个方面：细胞鉴别、外源因子和内源因子的检查、致瘤性检查等。必要时还须进行细胞染色体核型检查。这些检测内容对于MCB细胞和WCB细胞及生产限定代次细胞均适用。

细胞库建立后应至少按表1所列项目对MCB细胞及生产终末细胞进行一次全面检定。每次从MCB建立一个新的WCB，均应按规定项目进行检定。

表1　细胞检定项目要求

检测项目		MCB	WCB	生产终末细胞①
细胞鉴别		+	+	+
无菌检查		+	+	+
支原体检查		+	+	+
内、外源病毒污染检查	体外培养法	+	+	+
	体内接种法	+	−	+
	种属特异性病毒	+	−	■−■[订正]
	逆转录病毒	+	−	+
细胞致瘤性		+	−	+

①生产终末细胞：是指按生产规模制备的终末代次细胞。

"+"为必检项目，"−"为非强制检定项目。

1. 细胞鉴别试验

新建细胞系/株、细胞库(MCB和WCB)和生产终末细胞应进行鉴别试验，以确认为本细胞，无其他细胞的交叉污染。细胞鉴别试验方法包括细胞形态、生物化学法(如同工酶试验)、免疫学检测(如组织相容性抗原、种特异性免疫血清)、细胞遗传学检测(如染色体核型、标记染色体检测)、遗传标志检测(如DNA指纹图谱、STR图谱、基因组二核苷重复序列)等。应至少选择上述一种或几种方法进行细胞鉴别试验。

2. 无菌检查

取细胞培养上清液样品，依法检查(附录Ⅻ A)，应符合规定。

3. 支原体检查

取细胞培养上清液样品，依法检查(附录Ⅻ B)，应符合规定。

4. 细胞内、外源病毒因子检查

应检查细胞系/株中是否有细胞来源物种中潜在的可传染的病毒，以及由于操作带入的外源性病毒。细胞进行病毒检查的种类及方法，须根据细胞的种属来源、组织来源及细胞特性决定。

(1)细胞形态观察及红细胞吸附试验(简称血吸附试验)

取混合瓶细胞样品，接种至少6个细胞培养瓶或培养皿，待细胞长成单层后换维持液，持续培养2周。如有必要，可以适当换液。逐日镜检细胞，细胞应保持正常形态特征。

如为贴壁细胞或半贴壁细胞，细胞至少培养14天后，分别取1/3细胞培养瓶或培养皿，用0.2%～0.5%豚鼠红细胞和鸡红细胞混合悬液进行血吸附试验。加入红细胞后置2～8℃作用30分钟，然后置20～25℃作用30分钟，分别进行镜检，观察红细胞吸附情况，结果应为阴性。

新鲜红细胞在2～8℃保存不得超过7天，且溶液中不应含有钙或镁离子。

(2)不同细胞传代培养法检测病毒因子

将待检细胞分别接种下列三种单层细胞，包括猴源细胞、人二倍体细胞和同种属同组织类型来源但不同批的细胞。每种单层细胞接种至少含10^7个活细胞或含原细胞培养液的细胞裂解物。接种量应占维持液的1/4以上，每种细胞至少接种2瓶。取培养7天的细胞各一瓶，取上清液分别接种于同种细胞培养，盲传一代，与初次接种的另一瓶细胞继续培养7天，观察细胞病变并进行细胞形态观察及血吸附试验。每种接种的细胞不得出现细胞病变，血吸附试验均应为阴性。试验应设立病毒阳性对照，包括可观察细胞病变的病毒阳性对照及血吸附阳性对照。如细胞裂解物对单层细胞有干扰，则应排除干扰因素。

若待检细胞已知可支持人巨细胞病毒(CMV)的生长，则应在接种人二倍体细胞后至少观察28天，应无细胞病变。同时，应进行血吸附病毒检测，应为阴性。

(3)接种动物和鸡胚法检测病毒因子

MCB或WCB细胞以及增殖到或超过生产用限定代次的细胞，须采用动物体内接种法进行外源病毒因子检测。选用乳鼠、成鼠和鸡胚(两组不同日龄)共计4组，按表2所列方法进行试验和观察。观察期间，如被接种动物出现异常或疾病应进行原因分析。观察到期时，应至少有80%以上接种动物或鸡胚健存，视为试验有效。接种动物未显示有外源病毒感染，则细胞判定为合格。

对于新建细胞系/株，还应接种豚鼠和家兔(表2)。豚鼠主要用于检查细胞内结核分枝杆菌，在注射前观察4周，结核菌素试验为阴性者方可用于试验。家兔主要用于检测猴来源细胞中是否存在B病毒污染，也可用兔肾细胞培养法代替。

(4)逆转录病毒及其他内源性病毒或病毒核酸的检测

可采用下列方法对MCB细胞或WCB细胞以及增殖到或超过生产用限定代次的细胞进行逆转录病毒的检测。

①逆转录酶活性测定：采用敏感的方法，如产物增强的逆转录酶活性测定法(本规程附录)。

②透射电镜检查：取至少1×10^7个活细胞进行透射电镜观察。

③感染性试验：将待检细胞感染逆转录病毒敏感细胞，培养后检测。根据待检细胞的种属来源，须使用不同的敏感细胞进行感染性试验。

表 2　动物体内接种法检测外源病毒因子

动物组	要求	数量	接种途径	细胞浓度(个活细胞/ml)	接种细胞液量(ml/只)	观察天数	结果判定
乳鼠	24 小时内	10(2 窝)	脑内 腹腔	$>10^7$	0.01 0.1	21	应健存
成鼠	15～20g	10	脑内 腹腔	$>10^7$	0.03 0.5	21	应健存
鸡胚①	9～11 日龄	10	尿囊腔①	$>5\times10^6$	0.2	3～4	尿囊液血凝试验阴性
鸡胚	■5～7■[修订]日龄	10	卵黄囊	$>2\times10^6$	0.5	5	应存活
豚鼠	350～500g	5	腹腔	$>4\times10^5$	5.0	42	应健存,解剖无结核病变
家兔	1.5～2.5kg	5	皮下 皮内②	$>2\times10^5$	9.0 0.1×10	21	无异常,健存

①经尿囊腔接种的鸡胚,在观察末期,应用豚鼠和鸡红细胞混合悬液进行直接红细胞凝集试验。

②每只家兔于皮内注射 10 处,每处 0.1ml。

上述三种方法具有不同的检测特性,因此应采用不同的方法联合检测。若逆转录酶活性检测阳性,应进行透射电镜检查及感染性试验,以确证是否有感染性逆转录病毒颗粒存在。

小鼠来源和其他啮齿类来源的细胞系或其杂交瘤细胞系有可能携带潜在的逆转录病毒。因此,对于人-鼠杂交瘤细胞系则应进行特异性逆转录病毒检测。如用于单克隆抗体生产的小鼠细胞系,则可不检测特异性的逆转录病毒,但在生产工艺中应增加病毒灭活程序。

(5)特殊外源病毒因子的检测

应对 MCB 或 WCB 的细胞进行特殊病毒的检测。检测病毒的种类应根据细胞系/株种属、组织来源等确定。

如鼠源的细胞系,可采用小鼠、大鼠和仓鼠抗体产生试验检测其种特异病毒。

人源的细胞系/株,则应检测如人鼻咽癌病毒、人巨细胞病毒、人逆转录病毒、人乙型肝炎病毒、人丙型肝炎病毒。在某些情况下,也可能进行转化病毒的检测,如人乳头瘤病毒、腺病毒及人单纯疱疹病毒。这些病毒的检测可采用适当的体外检测技术。

5. 致瘤性检查

对于已证明具有致瘤性的传代细胞,如来源于啮齿类的细胞系 BHK_{21}、CHO、C127 细胞等,或细胞类型属致瘤性细胞,如杂交瘤细胞,则可不必做致瘤性检查。

某些传代细胞系已证明在一定代次内不具有致瘤性,而超过某代次则具有致瘤性,如 Vero 细胞,则必须进行致瘤性检查。

人上皮细胞系、人二倍体细胞株及所有用于活病毒产品生产的细胞系/株应进行致瘤性检查。另外,新建细胞系/株必须进行致瘤性检查。

下述两种肿瘤性试验方法可任选其一:

①裸鼠至少 10 只,用适量无血清培养基制备浓度每 1ml 含 5×10^7 个细胞的待检细胞悬液,每只裸鼠皮下或肌内注射 0.2ml;同时用 Hela 或 Hep-2 细胞设立阳性对照,阳性对照组至少 10 只,每只注射 0.2ml 含 10^6 个细胞;可用人二倍体细胞作为阴性对照,阴性对照组至少 10 只,每只注射 0.2ml 含 10^7 个细胞。

②新生小鼠(3～5 日龄),8～10g 小鼠 10 只,在出生后 0 天、2 天、7 天和 14 天,分别用 0.1ml 抗胸腺血清(ATS)或球蛋白处理,然后同上每只皮下接种 10^7 个细胞。并设立阳性对照组,对照组至少接种 10 只。

结果判定:

①定期观察并触摸注射部位有无结节形成,且形成的任何结节均应进行双向测量并记录。

②阳性对照组应至少有 9 只有进行性肿瘤生长时,试验视为有效。

③如试验组动物有进行性生长的结节或可疑病灶,应继续观察至少 1～2 周;若出现的结节在观察期内开始消退,则应在结节完全消退前,处死动物并进行解剖,做病理及组织学检查。

④未发生结节的动物,半数应观察 21 天,剖检,另外半数动物应观察 12 周,进行病理检查,剖检接种部位,观察各淋巴结和各器官有无结节形成,如有怀疑,进行病理组织检查,不应有转移瘤形成。

除上述体内法外,也可采用软琼脂克隆形成试验或器官培养试验等体外法检测,特别适用于低代次时动物体内无致瘤性的传代细胞系。

(四)细胞培养

生产用原材料的选择和细胞操作环境,应符合本规程"一、(二)细胞库的建立"中有关规定。

从冻存的 WCB 中取出一支或多支安瓿,混合后培养,传至一定代次后供生产用。其代次不得超过该细胞用于生产的最高限定代次。生产用细胞的最高限定代次应根据研究结果确定,但不得超过国际认可的最高限定代次。从 WCB 取出的细胞种子增殖的细胞不得再回冻保存用于生产。

体外培养细胞龄的计算

二倍体细胞龄以细胞群体倍增(Population Doubling)计算,以每个培养容器细胞群体细胞数为基础,每增加一倍作为一世代,即一瓶细胞传二瓶(1∶2分种率),再长满瓶为一世代;一瓶传四瓶(1∶4)为二世代;一瓶传八瓶(1∶8)则为三世代。生产用细胞龄限制在细胞寿命期限的前2/3内。

传代细胞系则以一定稀释倍数进行传代,每传一次为一代。

二、连续传代细胞系的特殊要求

传代细胞系一般是由人或动物肿瘤组织或正常组织传代或转化而来,可悬浮培养或采用微载体培养,能大规模生产。这些细胞可无限传代,但到一定代次后,致瘤性会增强。应按本规程"一、(三)细胞检定"的规定进行细胞库的检查。对生产过程中细胞培养的要求如下:

1. 生产用细胞代次

生物制品生产用传代细胞系细胞最高限定代次须经批准。

2. 生产过程中的细胞检查

除另有规定外,病毒类制品,在生产末期,取不接种病毒的细胞作为对照,至少应按照本规程"三、6.(2)、(4)、(5)"项进行检定,应符合规定。

三、人二倍体细胞株的特殊要求

新建的人二倍体细胞株必须具有以下资料:建立细胞株所用胎儿的胎龄和性别、终止妊娠的原因、所用胎儿父母的年龄、职业及健康良好的证明(医师出具的健康状态良好、无潜在性传染病和遗传性疾患等证明),以及胎儿父系及母系三代应无明显遗传缺陷疾病历史的书面调查资料。

人二倍体细胞株应在传代过程的早期,选择适当世代水平(2~8世代)增殖出大量细胞,定量分装后,置液氮中或−130℃下冻存,供建立PCB之用,待全部检定合格后,即可正式定为PCB,供制备MCB用。

1. 染色体检查及判定标准

新建人二倍体细胞株及其细胞库必须进行染色体检查。对于已建株的人二倍体细胞株,如WI-38、MRC-5、2BS、KMB_{17}等,在建立MCB时可不必进行细胞染色体检查。但如对细胞进行了遗传修饰,则须按新建细胞株进行染色体检查。

(1)染色体检查

新细胞建株过程中,每8~12世代应做一次染色体检查,一株细胞整个生命期内连续培养过程中,至少应有4次染色体检查结果。

每次染色体检查,应至少随机取1000个分裂中期细胞,进行染色体数目、形态和结构检查,并做记录以备复查。其中至少选择50个分裂中期细胞进行显微照相,作出核型分析,并应粗数500个分裂中期细胞,检查多倍体的发生率。

每次染色体检查,应从同一世代的不同培养瓶中取细胞,混合后进行再培养,制备染色体标本片。染色体片应长期保存,以备复查。

可用G分带或Q分带技术检查50个中期细胞染色体带型,应用照相图片作出带型分析。

(2)判定标准

对1000个和500个中期细胞标本异常率进行检查,合格的上限(可信限90% Poison法)见表3。

表3 人二倍体细胞染色体分析标准

异常	检查细胞数		
	1000	500	100
染色单体和染色体断裂	47	26	8
结构异常	17	10	2
超二倍体	8	5	2
亚二倍体①	180	90	18
多倍体②	30	17	4

①亚二倍体如超过上限,可能因制片过程人为丢失染色体,应选同批号标本重新计数。

②一个中期细胞内超过53条染色体,即为一个多倍体。

2. 无菌检查

每8~12世代细胞培养物,应进行无菌检查,依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

3. 支原体检查

每8~12世代细胞培养物,应进行支原体检查,依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

4. 病毒检查

二倍体细胞株传代过程中,至少对2个不同世代水平进行病毒包含体、乙型肝炎病毒、丙型肝炎病毒、EB病毒、人类免疫缺陷病毒等检查,结果应均为阴性。

5. 致瘤性检查

每8~12世代应做一次致瘤性检查(方法见本规程"一、(三)5. 致瘤性检查"),结果应无致瘤性。

6. 生产过程中的细胞检查

除另有规定外,在生产末期,取不接种病毒的细胞作为对照,进行以下各项检定,应符合规定。

(1)染色体检查

可根据制品特性及生产工艺,确定是否进行生产过程中细胞的染色体检查。通常含有活细胞的制品或下游纯化工艺不足的制品,应对所用细胞进行染色体检查及评价(见本规程"三、1. 染色体检查及判定标准")。但如采用已建株的人二倍体细胞生产,则不要求进行染色体核型检查。

(2)细胞鉴别试验

按本规程"一、(三)1. 细胞鉴别试验"进行。生产用细胞每年应至少进行一次该项检定。

(3)无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A),应符合规定。

(4)支原体检查

依法检查(附录Ⅻ B),应符合规定。

(5)对照细胞外源病毒因子检测

依法检查(附录Ⅻ C),应符合规定。

四、重组细胞的特殊要求

重组细胞系通过DNA重组技术获得的含有特定基因序

列的细胞系，因此重组细胞系的建立应具有细胞基质构建方法的相关资料，如细胞融合、转染、筛选、集落分离、克隆、基因扩增及培养条件或培养液的适应性等方面的资料。细胞库细胞的检查除应按本规程“一、(三)细胞检定”的规定进行，还应进行下述检查：

1. 细胞基质的稳定性

生产者须具有该细胞用于生产的目的基因的稳定性资料，包括重组细胞的遗传稳定性、目的基因表达稳定性、目的产品持续生产的稳定性，以及一定条件下保存时细胞生产目的产品能力的稳定性等资料。

2. 细胞鉴别试验

除按本规程“一、(三)1. 细胞鉴别试验”进行外，还应通过检测目的蛋白基因或目的蛋白进行鉴别试验。

3. 重组细胞产物的外源病毒因子检测

应按本规程“一、(三)4.(1)细胞形态观察及红细胞吸附试验”和“(2)不同细胞传代培养法检测病毒因子”的规定对细胞裂解物或收获液进行外源病毒因子的检测。

五、原代细胞的要求

原代细胞应来源于健康的动物脏器组织或胚胎，包括猴肾、地鼠肾、沙鼠肾、家兔肾、狗肾或动物的胎儿和其他组织，以及鸡胚和鹌鹑胚等正常组织，以适当的消化液消化、分散组织细胞进行培养，原代细胞不能建立细胞库，只能限于原始培养的细胞或传代少数几代内(一般不超过5代)使用，无法事先确定细胞代次。因此，只能严格规范管理和操作措施，以保证以原代细胞为基质所生产的制品质量。

(一)动物组织来源和其他材料

1. 动物组织来源

应符合“凡例”的有关要求。对各种动物都应有明确健康状况和洁净级别要求。

2. 生产或检定用猴

多采用非洲绿猴、恒河猴等，我国以恒河猴为主。应为笼养或小群混养的正常健康猴。动物用于制备细胞前，应有6周以上的检疫期，检疫期中出现病猴或混入新猴，应重新检疫。从外面新引入猴群应做结核菌素试验及猴疱疹Ⅰ型病毒(B病毒)的检查。

胎猴肾细胞用于生产，应对其母猴进行检疫。

(二)原代细胞培养物的检查

用于细胞制备的动物剖检应正常，取留的器官组织亦应正常，如有异常，不能用于制备细胞。

1. 细胞培养原材料检查及细胞培养操作

按本规程“一、(二)1. 原材料的选择”及“2. 细胞制备的操作要求”进行。

2. 细胞培养物的检查

(1)细胞形态检查

细胞用于生产前，应进行外观检查和镜检，应无任何可疑、异常和病变，否则不得用于生产。

(2)特定病毒检查

原代猴肾细胞培养应检查SV40病毒、猴免疫缺陷病毒和B病毒；应采用Vero或原代绿猴肾细胞、兔肾细胞检查。地鼠肾原代细胞应采用BHK_{21}细胞培养检查。观察细胞形态，如有可疑应在同种细胞上盲传一代继续观察。

(3)对照细胞检查

在生产末期，取不接种病毒的细胞作为对照，至少按“三、6.(4)、(5)”项要求进行检定，应符合规定。

六、检定用细胞的要求

检定用细胞是指用于生物制品检定的细胞，包括原代细胞、连续传代细胞或二倍体细胞，以及经特定基因修饰过的细胞。检定用细胞应符合下列要求：

(一)细胞资料

1. 检定用细胞应具有明确的合法来源及相关的来源证明资料。

2. 如使用传代细胞系/株，应建立细胞库体系，即主细胞库及工作细胞库，如细胞使用量较少，可建立单一细胞库。应根据制品特性，在保证检测结果的可靠性基础上，■通过验证确定该细胞允许的最高限定代次，在此基础上规定检定用细胞的代次范围■[修订]。检定时从工作细胞库复苏细胞后，不能再回冻。

3. 应详细记录检定用细胞建库的过程，包括细胞培养所用原材料的来源、批号，细胞生长液的配制方法、使用浓度等，以及细胞的传代及冻存过程，并建立细胞冻存及使用台账。

(二)细胞检定

应至少进行以下1～4项检定，根据检定用细胞用途的不同，还应按照5项下的有关要求进行相关的检定。

1. 细胞鉴别试验

按本规程“一、(三)1. 细胞鉴别试验”进行，或其他适宜的方法，应确认为本细胞，并且无其他细胞的交叉污染。

2. 无菌检查

依法检查(附录Ⅻ A)，应符合要求。

3. 支原体检测

依法检查(附录Ⅻ B)，应符合要求。

4. 外源病毒污染检查

采用本规程“一、(三)4.(2)不同细胞传代培养法检测病毒因子”及“一、(三)4.(3)接种动物和鸡胚法检测病毒因子”检查，应无外源病毒污染。

5. 其他检测

(1)致瘤性检查

用于致瘤性检查的阳性对照细胞，应采用本规程“一、(三)5. 致瘤性检查”进行检查，应具有致瘤性。

(2)病毒敏感性检查

用于检测活疫苗病毒滴度的细胞，应进行此项检查，证明所用细胞对相应病毒具有足够的敏感性。

(3)细胞功能检查

用于测定生物学活性、效力或效价的细胞，应进行此项检查，证明所用细胞能够有效评价待检样品质量。

附录　逆转录酶活性检查法

本法系以雀麦草花叶病毒 RNA 为模板，采用 RT-PCR 法扩增特定片段并用 ELISA 法检测特异片段与探针的杂交信号，从而测定供试品中的逆转录酶活性。

试剂

(1)供试品稀释液(A 液)　每 1L A 液含三羟甲基氨基甲烷-盐酸(Tris-HCl，pH 7.5)25mmol，氯化钾 50mmol，二硫苏糖醇(DTT)5mmol，四甲基乙二胺(EDTA)0.25mmol，TritonX-100 25ml，甘油 500ml。

(2)供试品保存液(B 液)　每 1L A 液中含 1mg 亮抑蛋白酶肽、0.7mg 抑胃肽及 1mg 抑蛋白酶肽。

(3)引物及探针序列

上游引物：

5′-Biotin-CGTGGTTGACACGCAGACCTCTTAC-3′

下游引物：

5′-TCAACACTGTACGGCACCCGCATTC-3′

探针：

5′-NH_2 ATTATCTGGCCTTTGAGAGTTACTCTTTG -3′

(4)模板　雀麦草花叶病毒 RNA(BMV RNA)

(5)反转录缓冲液　每 1L 反转录缓冲液含 Tris-HCl (pH 8.3) 50mmol，氯化钾 40mmol，氯化镁 6mmol，DTT 10mmol，脱氧核糖核苷酸 200μmol，下游引物 0.8×10^{-3}mmol。

(6)扩增缓冲液　每 1L 扩增缓冲液含 Tris-HCl(pH 8.8)25mmol，氯化钾 40mmol，氯化镁 2mmol，脱氧腺嘌呤核糖核苷酸 200μmol、脱氧胞嘧啶核糖核苷酸 200μmol、脱氧鸟嘌呤核糖核苷酸 200μmol 及脱氧尿嘧啶核糖核苷酸 200μmol，上、下游引物各 0.4×10^{-3}mmol，核糖核酸酶 A 0.8g，Taq DNA 聚合酶 6×10^4U，尿嘧啶 *N*-糖基化酶(UNG)4×10^4U。

(7)封闭液　含 3%牛血清白蛋白或 0.5%酪蛋白的包被液。

(8)变性缓冲液　含 5mmol/L EDTA 的 0.2mol/L 氢氧化钠溶液。

(9)包被液　0.05mol/L 磷酸氢二钠溶液-1mmol/L EDTA (pH 8.5)。

供试品、阳性对照及灵敏度供试品的制备

(1)取供试品 200μl，每分钟 5000 转离心 5 分钟，取上清液 100μl，加入 B 液 100μl 和焦炭酸二乙醇(DEPC)处理的 5%Triton X-100 2μl，混匀后，置冰浴 15 分钟后，置−70℃保存备用。

(2)阳性对照　用 SP2/0 细胞培养上清液作阳性对照，同上处理后，按单次使用量分装，−70℃保存备用。

(3)灵敏度供试品　取鼠源白血病病毒逆转录酶(MMLV)用 A 液进行系列稀释至 10^{-8} U/μl，充分混匀，按单次使用量分装，−70℃保存备用。

检查法

(1)反转录

将已处理的供试品及阳性对照用 A 液做 10 倍稀释。

反转录反应管中加入反转录缓冲液 20.8μl，500mg/L BMV-RNA 0.2μl，混匀后，标记，70℃放置 10 分钟，置冰浴。

在相应的反转录反应管中分别加入 4μl 已稀释的供试品、阳性对照及灵敏度供试品，以 A 液作阴性对照。反转录反应体系为 25μl。37℃反应 90 分钟。

(2)PCR 扩增

取反转录产物 5μl 加至 PCR 扩增缓冲液 20μl 中，PCR 扩增反应体系为 25μl。混匀后，按下列条件进行扩增：37℃30 分钟，预变性 94℃5 分钟，94℃45 秒，56℃45 秒，72℃45 秒，进行 35 个循环，72℃延伸 5 分钟。

(3)杂交检测

用经包被液适当稀释的探针 100μl 包被 DNA 结合板，4℃过夜；次日，用封闭液 200μl 于 37℃封闭 60 分钟，用洗涤液洗涤 3 次，备用；扩增结束后，每个反应管中加入变性缓冲液 25μl，混匀；在封闭洗涤后的包被板上每孔加入供试品 25μl，再加入杂交液 100μl，混匀后，37℃反应 60 分钟，用洗涤液洗涤 5 次；每孔中加入链亲合素标记的辣根过氧化物酶 100μl，37℃反应 30 分钟；同上洗涤 5 次；每孔加入显色液 100μl，37℃显色 10 分钟；每孔加入终止液 100μl 终止反应。以 630nm 为参考波长，在波长 492nm 处测定吸光度。

结果判定

Cutoff 值为阴性对照的吸光度值加 0.2。

阴性对照吸光度值应不高于 0.2，如小于 0.05 按 0.05 计。

阳性对照应为阳性，且吸光度值应不低于 1.5。

灵敏度供试品应为阳性，且吸光度值应不低于 0.8。

供试品吸光度值大于 Cutoff 值者为阳性。

注意事项

(1)如供试品为培养细胞，则将细胞传代后，培养3～4天长成单层，取上清液检测，取供试品前不得换液。

(2)试验中所有试剂及吸头均需灭菌。与 RNA 操作有关的试剂及材料均需经过 DEPC 处理。

(3)加供试品区、扩增区及 PCR 产物检测区及其所用加样枪及服装应严格区分。

(4)定期对各区进行消毒，PCR 产物及其加供试品吸头应及时进行有效处理。

附录Ⅺ E　细菌内毒素检查法

本法系利用鲎试剂来检测或量化由革兰阴性菌产生的细菌内毒素，以判断供试品中细菌内毒素的限量是否符合规定的一种方法。

细菌内毒素检查包括两种方法，即凝胶法和光度测定法，后者包括浊度法和显色基质法。供试品检测时，可使用其中任何一种方法进行试验。当测定结果有争议时，除另有规定外，以凝胶法结果为准。

本试验操作过程应防止微生物和内毒素的污染。

细菌内毒素的量用内毒素单位(EU)表示，1EU 与 1 个内毒素国际单位(IU)相当。

细菌内毒素国家标准品系自大肠埃希菌提取精制而成，用于标定、复核、仲裁鲎试剂灵敏度和标定细菌内毒素工作标准品的效价。

细菌内毒素工作标准品系以细菌内毒素国家标准品为基准标定其效价，用于试验中的鲎试剂灵敏度复核、干扰试验及各种阳性对照。

细菌内毒素检查用水系指内毒素含量小于 0.015EU/ml(用于凝胶法)或 0.005EU/ml(用于光度测定法)且对内毒素试验无干扰作用的灭菌注射用水。

试验所用的器皿需经处理，以去除可能存在的外源性内毒素。耐热器皿常用干热灭菌法(250℃、30 分钟以上)去除，也可采用其他确证不干扰细菌内毒素检查的适宜方法。若使用塑料器械，如微孔板和与微量加样器配套的吸头等，应选用标明无内毒素并且对试验无干扰的器械。

供试品溶液的制备　某些供试品需进行复溶、稀释或在水性溶液中浸提制成供试品溶液。一般要求供试品溶液的 pH 值在 6.0～8.0 的范围内。对于过酸、过碱或本身有缓冲能力的供试品，需调节被测溶液(或其稀释液)的 pH 值，可使用酸、碱溶液或适宜的缓冲液调节 pH 值。酸或碱溶液须用细菌内毒素检查用水在已去除内毒素的容器中配制。缓冲液必须经过验证不含内毒素和干扰因子。

内毒素限值的确定　药品、生物制品的细菌内毒素限值(L)一般按以下公式确定：

$$L=K/M$$

式中　L 为供试品的细菌内毒素限值，一般以 EU/ml、EU/mg 或 EU/U(活性单位)表示；

K 为人每千克体重每小时最大可接受的内毒素剂量，以 EU/(kg·h)表示，注射剂 K=5EU/(kg·h)，放射性药品注射剂 K=2.5EU/(kg·h)，鞘内用注射剂 K=0.2EU/(kg·h)；

M 为人用每千克体重每小时的最大供试品剂量，以 ml/(kg·h)、mg/(kg·h)或 U/(kg·h)表示，人均体重按 60kg 计算，人体表面积按 1.62m^2 计算。注射时间若不足 1 小时，按 1 小时计算。供试品每平方米体表面积剂量乘以 0.027 即可转换为每千克体重剂量(M)。

按人用剂量计算限值时，如遇特殊情况，可根据生产和临床用药实际情况做必要调整，但需说明理由。

确定最大有效稀释倍数(MVD)　最大有效稀释倍数是指在试验中供试品溶液被允许达到稀释的最大倍数(1→MVD)，在不超过此稀释倍数的浓度下进行内毒素限值的检测。用以下公式来确定 MVD：

$$MVD=cL/\lambda$$

式中　L 为供试品的细菌内毒素限值；

c 为供试品溶液的浓度，当 L 以 EU/ml 表示时，则 c 等于 1.0ml/ml，当 L 以 EU/mg 或 EU/U 表示时，c 的单位需为 mg/ml 或 U/ml。如供试品为注射用无菌粉末或原料药，则 MVD 取 1，可计算供试品的最小有效稀释浓度 $c=\lambda/L$；

λ 为在凝胶法中鲎试剂的标示灵敏度(EU/ml)，或是在光度测定法中所使用的标准曲线上最低的内毒素浓度。

方法 1　凝胶法

凝胶法系通过鲎试剂与内毒素产生凝集反应的原理来检测或半定量内毒素的方法。

鲎试剂灵敏度复核试验　在本检查法规定的条件下，使鲎试剂产生凝集的内毒素的最低浓度即为鲎试剂的标示灵敏度，用 EU/ml 表示。当使用新批号的鲎试剂或试验条件发生了任何可能影响检验结果的改变时，应进行鲎试剂灵敏度复核试验。

根据鲎试剂灵敏度的标示值(λ)，将细菌内毒素国家标准品或细菌内毒素工作标准品用细菌内毒素检查用水溶解，在旋涡混合器上混匀 15 分钟，然后制成 2λ、λ、0.5λ 和 0.25λ 四个浓度的内毒素标准溶液，每稀释一步均应在旋涡混合器上混匀 30 秒钟。取分装有 0.1ml 鲎试剂溶液的 10mm×75mm 试管或复溶后的 0.1ml/支规格的鲎试剂原安瓿 18 支，其中 16 管分别加入 0.1ml 不同浓度的内毒素标准溶液，每一个内毒素浓度平行做 4 管；另外 2 管加入 0.1ml 细菌内毒素检查用水作为阴性对照。将试管中溶液轻轻混匀后，封闭管口，垂直放入 37℃±1℃的恒温器中，保温 60 分钟±2 分钟。

将试管从恒温器中轻轻取出，缓缓倒转 180°，若管内形成凝胶，并且凝胶不变形、不从管壁滑脱者为阳性；未形成凝胶或形成的凝胶不坚实、变形并从管壁滑脱者为阴性。保温和拿取试管过程应避免受到振动造成假阴性结果。

当最大浓度 2λ 管均为阳性，最低浓度 0.25λ 管均为阴性，阴性对照管为阴性，试验方为有效。按下式计算反应终点浓度的几何平均值，即为鲎试剂灵敏度的测定值(λ_c)。

$$\lambda_c=\mathrm{antilg}(\sum X/4)$$

式中　X 为反应终点浓度的对数值(lg)。反应终点浓度是指系列递减的内毒素浓度中最后一个呈阳性结果的

浓度。

当λ_c在0.5λ～2λ(包括0.5λ和2λ)时，方可用于细菌内毒素检查，并以标示灵敏度λ为该批鲎试剂的灵敏度。

干扰试验 按表1制备溶液A、B、C和D，使用的供试品溶液应为未检验出内毒素且不超过最大有效稀释倍数(MVD)的溶液，按鲎试剂灵敏度复核试验项下操作。

只有当溶液A和阴性对照溶液D的所有平行管都为阴性，并且系列溶液C的结果在鲎试剂灵敏度复核范围内时，试验方为有效。按下式计算系列溶液C和B的反应终点浓度的几何平均值(E_s和E_t)。

$$E_s = \text{antilg}(\sum X_s/4)$$

$$E_t = \text{antilg}(\sum X_t/4)$$

式中 X_s、X_t分别为系列溶液C和溶液B的反应终点浓度的对数值(lg)。

当E_s在0.5λ～2λ(包括0.5λ和2λ)及E_t在$0.5E_s$～$2E_s$(包括$0.5E_s$和$2E_s$)时，认为供试品在该浓度下无干扰作用。若供试品溶液在小于MVD的稀释倍数下对试验有干扰，应将供试品溶液进行不超过MVD的进一步稀释，再重复干扰试验。

表1 凝胶法干扰试验溶液的制备

编号	内毒素浓度/被加入内毒素的溶液	稀释用液	稀释倍数	所含内毒素的浓度	平行管数
A	无/供试品溶液	—	—	—	2
B	2λ/供试品溶液	供试品溶液	1	2λ	4
			2	1λ	4
			4	0.5λ	4
			8	0.25λ	4
C	2λ/检查用水	检查用水	1	2λ	4
			2	1λ	4
			4	0.5λ	4
			8	0.25λ	4
D	无/检查用水	—	—	—	2

注：A为供试品溶液；B为干扰试验系列；C为鲎试剂标示灵敏度的对照系列；D为阴性对照。

可通过对供试品进行更大倍数的稀释或通过其他适宜的方法(如过滤、中和、透析或加热处理等)排除干扰。为确保所选择的处理方法能有效地排除干扰且不会使内毒素失去活性，要使用预先添加了标准内毒素再经过处理的供试品溶液进行干扰试验。

当进行新药的内毒素检查试验前，或无内毒素检查项的品种建立内毒素检查法时，须进行干扰试验。

当鲎试剂、供试品的处方、生产工艺改变或试验环境中发生了任何有可能影响试验结果的变化时，须重新进行干扰试验。

检查法

(1)凝胶限度试验 按表2制备溶液A、B、C和D。使用稀释倍数为MVD并且已经排除干扰的供试品溶液来制备溶液A和B。按鲎试剂灵敏度复核试验项下操作。

表2 凝胶限度试验溶液的制备

编号	内毒素浓度/被加入内毒素的溶液	平行管数
A	无/供试品溶液	2
B	2λ/供试品溶液	2
C	2λ/检查用水	2
D	无/检查用水	2

注：A为供试品溶液；B为供试品阳性对照；C为阳性对照；D为阴性对照。

结果判断 保温60分钟±2分钟后观察结果。若阴性对照溶液D的平行管均为阴性，供试品阳性对照溶液B的平行管均为阳性，阳性对照溶液C的平行管均为阳性，试验有效。

若溶液A的两个平行管均为阴性，判定供试品符合规定；若溶液A的两个平行管均为阳性，判定供试品不符合规定。若溶液A的两个平行管中的一管为阳性，另一管为阴性，需进行复试。复试时，溶液A需做4支平行管，若所有平行管均为阴性，判定供试品符合规定；否则判定供试品不符合规定。

(2)凝胶半定量试验 本方法系通过确定反应终点浓度来量化供试品中内毒素的含量。按表3制备溶液A、B、C和D。按鲎试剂灵敏度复核试验项下操作。

表3 凝胶半定量试验溶液的制备

编号	内毒素浓度/被加入内毒素的溶液	稀释用液	稀释倍数	所含内毒素的浓度	平行管数
A	无/供试品溶液	检查用水	1	—	2
			2	—	2
			4	—	2
			8	—	2
B	2λ/供试品溶液		1	2λ	2
C	2λ/检查用水	检查用水	1	2λ	2
			2	1λ	2
			4	0.5λ	2
			8	0.25λ	2
D	无/检查用水	—	—	—	2

注：A为不超过MVD并且通过干扰试验的供试品溶液。从通过干扰试验的稀释倍数开始用检查用水稀释至1倍、2倍、4倍和8倍，最后的稀释倍数不得超过MVD。

B为2λ浓度标准内毒素的溶液A(供试品阳性对照)。

C为鲎试剂标示灵敏度的对照系列。

D为阴性对照。

结果判断 若阴性对照溶液D的平行管均为阴性，供试品阳性对照溶液B的平行管均为阳性，系列溶液C的反应终点浓度的几何平均值在0.5λ～2λ之间，试验有效。

系列溶液A中每一系列平行管的终点稀释倍数乘以λ，为每个系列的反应终点浓度，所有平行管反应终点浓度的几何平均值即为供试品溶液的内毒素浓度〔按公式$c_E = \text{antilg}(\sum X/2)$〕。如果检验时采用的是供试品的稀释液，则计算原始溶液内毒素浓度时要将结果乘以稀释倍数。

如试验中供试品溶液的所有平行管均为阴性，应记为内毒素浓度小于λ(如果检验的是稀释过的供试品，则记为小于

λ乘以供试品进行半定量试验的初始稀释倍数)。如果供试品溶液的所有平行管均为阳性,应记为内毒素的浓度大于或等于最大的稀释倍数乘以λ。

若内毒素浓度小于规定的限值,判定供试品符合规定。若内毒素浓度大于或等于规定的限值,判定供试品不符合规定。

方法2 光度测定法

光度测定法分为浊度法和显色基质法。

浊度法系利用检测鲎试剂与内毒素反应过程中的浊度变化而测定内毒素含量的方法。根据检测原理,可分为终点浊度法和动态浊度法。终点浊度法是依据反应混合物中的内毒素浓度和其在孵育终止时的浊度(吸光度或透光率)之间存在着量化关系来测定内毒素含量的方法。动态浊度法是检测反应混合物的浊度到达某一预先设定的吸光度所需要的反应时间,或是检测浊度增加速度的方法。

显色基质法系利用检测鲎试剂与内毒素反应过程中产生的凝固酶使特定底物释放出呈色团的多少而测定内毒素含量的方法。根据检测原理,分为终点显色法和动态显色法。终点显色法是依据反应混合物中内毒素浓度和其在孵育终止时释放出的呈色团的量之间存在的量化关系来测定内毒素含量的方法。动态显色法是检测反应混合物的色度达到某一预先设定的吸光度所需要的反应时间,或检测色度增长速度的方法。

光度测定试验需在特定的仪器中进行,温度一般为37℃±1℃。

供试品和鲎试剂的加样量、供试品和鲎试剂的比例以及保温时间等,参照所用仪器和试剂的有关说明进行。

为保证浊度和显色试验的有效性,应预先进行标准曲线的可靠性试验以及供试品的干扰试验。

标准曲线的可靠性试验 当使用新批号的鲎试剂或试验条件有任何可能会影响检验结果的改变时,需进行标准曲线的可靠性试验。

用标准内毒素制成溶液,制成至少3个浓度的稀释液(相邻浓度间稀释倍数不得大于10),最低浓度不得低于所用鲎试剂的标示检测限。每一稀释步骤的混匀时间同凝胶法,每一浓度至少做3支平行管。同时要求做2支阴性对照。当阴性对照的反应时间大于标准曲线最低浓度的反应时间,将全部数据进行线性回归分析。

根据线性回归分析,标准曲线的相关系数(r)的绝对值应大于或等于0.980,试验方为有效。否则须重新试验。

干扰试验 选择标准曲线中点或一个靠近中点的内毒素浓度(设为λ_m),作为供试品干扰试验中添加的内毒素浓度。按表4制备溶液A、B、C和D。

按所得线性回归方程分别计算出供试品溶液和含标准内毒素的供试品溶液的内毒素含量c_t和c_s,再按下式计算该试验条件下的回收率(R)。

$$■R=(c_s-c_t)/\lambda_m\times100\%_{■[订正]}$$

当内毒素的回收率在50%～200%之间,则认为在此试验条件下供试品溶液不存在干扰作用。

表4 光度测定法干扰试验溶液的制备

编号	内毒素浓度	被加入内毒素的溶液	平行管数
A	无	供试品溶液	至少2
B	标准曲线的中点(或附近点)的浓度(设为λ_m)	供试品溶液	至少2
C	至少3个浓度(最低一点设定为λ)	检查用水	每一浓度至少2
D	无	检查用水	至少2

注:A为稀释倍数不超过MVD的供试品溶液。

B为加入了标准曲线中点或靠近中点的一个已知浓度内毒素的,且与溶液A有相同稀释倍数的供试品溶液。

C为如"标准曲线的可靠性试验"项下描述的,用于制备标准曲线的标准内毒素溶液。

D为阴性对照。

当内毒素的回收率不在指定的范围内,须按"凝胶法干扰试验"中的方法去除干扰因素,并重复干扰试验来验证处理的有效性。

当鲎试剂、供试品的来源、处方、生产工艺改变或试验环境中发生了任何有可能影响试验结果的变化时,须重新进行干扰试验。

检查法 按"光度测定法的干扰试验"中的操作步骤进行检测。

使用系列溶液C生成的标准曲线来计算溶液A的每一个平行管的内毒素浓度。

试验必须符合以下三个条件方为有效:

(1)系列溶液C的结果要符合"标准曲线的可靠性试验"中的要求;

(2)用溶液B中的内毒素浓度减去溶液A中的内毒素浓度后,计算出的内毒素的回收率要在50%～200%的范围内;

(3)溶液D的反应时间应大于标准曲线最低浓度的反应时间。

结果判断 若供试品溶液所有平行管的平均内毒素浓度乘以稀释倍数后,小于规定的内毒素限值,判定供试品符合规定。若大于或等于规定的内毒素限值,判定供试品不符合规定。

注:本检查法中,"管"的意思包括其他任何反应容器,如微孔板中的孔。

索 引

中文索引

（按汉语拼音顺序排列）

一 部

B

C

D

E

F

G

H

J

L

M

N

二　部

A

Z

三 部

C

D

F

K

M

R

S

T

X

Y

英文索引

二　部

A

B

C

D

E

F

O

P

Q

R

S

T